

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2004年2月26日 (26.02.2004)

PCT

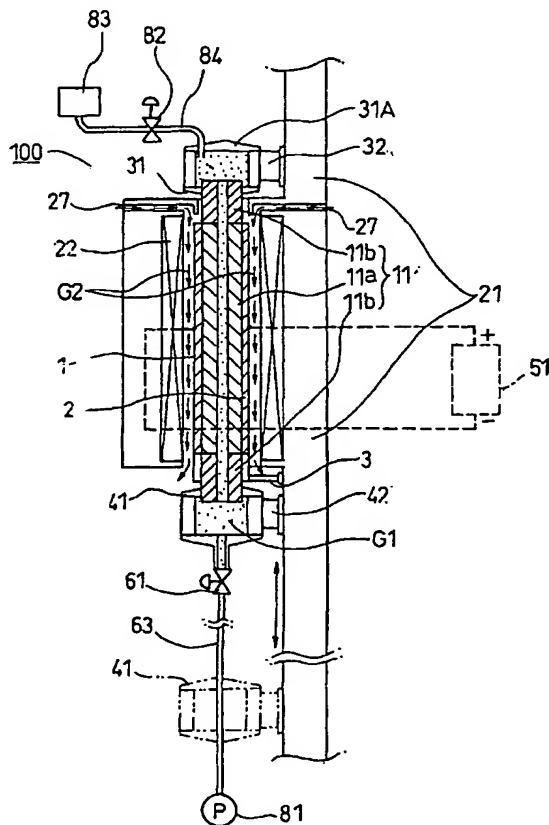
(10) 国際公開番号
WO 2004/016556 A1

- (51) 国際特許分類: C03B 32/00, 23/045, G02B 6/00
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2003/010149
- (22) 国際出願日: 2003年8月8日 (08.08.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2002-234563 2002年8月12日 (12.08.2002) JP
特願2002-235274 2002年8月12日 (12.08.2002) JP
特願2003-166430 2003年6月11日 (11.06.2003) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒541-0041 大阪府 大阪市 中央区北浜四丁目5番33号 Osaka (JP).
- (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 加藤 秀一郎 (KATO, Shuichiro) [JP/JP]; 〒244-0844 神奈川県 横浜市 栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社 横浜製作所内 Kanagawa (JP). 守屋 知巳 (MORIYA, Tomomi) [JP/JP]; 〒244-0844 神奈川県 横浜市 栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社 横浜製作所内 Kanagawa (JP). 大賀 裕一 (OHGA, Yuichi) [JP/JP]; 〒244-0844 神奈川県 横浜市 栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社 横浜製作所内 Kanagawa (JP).
- (74) 代理人: 宮越 典明, 外 (MIYAKOSHI, Noriaki et al.); 〒107-6029 東京都 港区 赤坂一丁目12番32号 アーク森ビル 29階 信栄特許事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): CN, IN, KR, US.

/続葉有/

(54) Title: METHOD OF PRODUCING HIGHER-PURITY GLASS ELEMENT, HIGH-PURITY GLASS ELEMENT, AND PRODUCTION METHOD AND DEVICE FOR GLASS TUBE

(54) 発明の名称: ガラス体の高純度化方法及び、高純度ガラス体ならびに、ガラス管の製造方法及び装置



(57) Abstract: A method of producing a higher-purity glass element capable of attaining the higher-purity of a glass element while restricting the deformation thereof high-dimensionally; and a high-purity glass element. A method of producing a glass tube capable of obtaining a high-purity glass tube and a device therefore. The method of producing a higher-purity glass element comprising applying a voltage to a glass pipe (11) in an almost radial direction of the glass pipe (11) from electrodes (1, 2) in contact with the glass pipe (11) while the glass pipe (11) is being heated to temperatures less than 1300°C. The method of producing a glass tube comprises applying a voltage to the inner peripheral side and the outer peripheral side of a glass tube (106) to generate a voltage gradient in the radial direction of the glass tube (106) when a glass rod (103) is heated and softened, and a drilling jig (130) is brought into contact with the softened area of the glass rod (103) to thereby gradually form the glass rod (103) into the glass tube (106).

(57) 要約: 本発明の課題は、ガラス体の変形を高次元で抑制しつつ高純度化を実施できるガラス体の高純度化方法及び高純度ガラス体、さらには高純度のガラス管を得ることのできるガラス管の製造方法及び装置を提供することである。本発明のガラス体の高純度化方法は、ガラスパイプ11を1300°C未満の範囲内の温度に加熱しながらガラスパイプ11に対して接触した電極1,2から、ガラスパイプ11の略径方向に電圧を印加するものである。また、本発明のガラス管の製造方法は、ガラスロッド103を加熱して軟化させ、ガラスロッド103の軟化した領域に穿孔治具130を接触させることで、ガラスロッド103を漸次ガラス管106に成形する際に、ガラス管106の内周側と外周側に電圧を印加して、ガラス管106の径方向に電圧勾配を発生させるものである。



(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

添付公開書類:

一 国際調査報告書

明 細 書

ガラス体の高純度化方法及び、高純度ガラス体ならびに、ガラス管の製造方法及び装置

<技術分野>

本発明は、ガラス体の高純度化方法及びこれにより得られる高純度ガラス体、さらには高純度化を行うガラス管の製造方法及び装置に関する。

<背景技術>

近年、光通信技術の進歩に伴い、光ファイバの利用が高まってきている。光ファイバの主な製造方法としては、VAD法（Vapor phase Axial Deposition：気相軸付法）、OVD法（Outer Vapor phase Deposition：外付法）、MCVD法（Modified Chemical Vapor phase Deposition：内付法）がある。特に、高ビットレート化、波長多重度の高度化により、情報伝達容量の高密度化が高まっており、光ファイバの偏波分散の低減が強く望まれている。

光ファイバの製造に際しては、通常はプリフォームと呼ばれる成形体を高速で線引きすることによって所望の光ファイバを得るという方法がとられている。光ファイバの形状は、プリフォームの形状および品質を引き継いでしまうため、プリフォームの形成に際しては、極めて高精度の形状および品質制御が求められている。

例えばMCVD法は、ガラス管からなる内付け用パイプの内壁にガラス微粒子（すす）を堆積する方法であるが、このガラス管はそのままプリフォームの一部となるため、非円率および偏心率が小さく、肉厚が均一で、特性の優れたものである必要がある。非円率または偏肉の大きなガラス管から作製された光ファイバは偏波分散（PMD）が大きな値となってしまう。

従来、加熱したガラスインゴットに炭素ドリルなどの穿孔部材を回転しつつ押し付けることにより、石英パイプを形成する熱間炭素ドリル圧入法が提案されて

いる（特開平 7-109135 号）。

また、この他、円柱状の石英ガラスロッドを回転させながら、先端を加熱軟化させ、ロッド先端面の中心部に穿孔部材の先鋭端に係合させてこの先鋭端の周縁を穿孔部材に対して回転し、引き抜く方法も提案されている（特許第 2798465 号）。

これらの方法は、ピアシング法と称される。ピアシング法とは、例えば図 25 に示すように、ガラス体 201 に穿孔治具 202 を当接し、穿孔治具 202 の当接部周辺を加熱炉 203 により加熱しながら穿孔治具 202 をガラス体 201 に押しつけることで、ガラス体 201 を先端側から漸次円筒状のガラス管 205 に成形する方法である。穿孔治具 202 は、少なくともガラス体 201 に接触する部分が、ガラスの軟化温度で使用可能であって、ガラスと化学反応しにくい、例えばカーボン等の材料から形成されている。

しかしながら、このようにして得られるガラス管には、ガラスインゴットの製造工程時や穿孔部材による穿孔工程時に不純物が混入している場合が多く、近年、光ファイバの高性能化がさらに求められるに伴い、従来に比して、より高純度のガラス管が必要とされている。

特許 2726729 号には、熔融石英のチューブを 1000℃以上の温度（実施例では、1500℃，1600℃，2100℃）で加熱しながら、電圧を印加することによって、金属不純物イオンをチューブの外部壁面で拡散させる技術が記載されており、これにより、熔融石英のチューブの高純度化が図れるとされている。

しかしながら、このようにして得られる熔融石英のチューブは、熱が加わったことに起因するチューブの変形が大きく、これを形状の精度が高次元で要求されるガラスパイプに適用しようとする場合には、前記したチューブの高純度化に次いで、一般に、チューブを所望の形状に再加工するための後成形加工工程を追加する必要がある。通常、後成形加工工程では、チューブの内径および外径を長手方向に一定とするために、全長を測定した上で、それに基づいてチューブの内周面および外周面に対して成形加工が必要となり、チューブの製造コストを著しく

上昇させる要因と成り得る。また、チューブの変形状態によっては、所望の形状のチューブの製造が非常に困難である。

また、ガラスパイプの孔を形成する前のガラスロッドに対しても、高い形状精度や高純度の品質が求められているが、高温に加熱されることによる変形を抑えつつ、製造時に混入した不純物を除去することは困難であった。

<発明の開示>

本発明の目的は、ガラス体の変形を高次元で抑制しつつ高純度化を実施できるガラス体の高純度化方法及び高純度ガラス体、さらには高純度のガラス管を得ることのできるガラス管の製造方法及び装置を提供することにある。

上記目的を達成することのできる本発明に係るガラス体の高純度化方法は、円柱形状または円筒形状のガラス体の長手方向の少なくとも一部分に対して、外周面側の外側に配置された少なくとも一対の電極から、ガラス体の略径方向に電圧を印加するものである。

なお、ガラス体として、具体的には、適切な製造法によって所定の寸法に仕上げた円柱状のガラスロッドや円筒状のガラスパイプ等を使用することが挙げられる。

また、電極は、ガラス体の円周方向に、陽極と陰極とをそれぞれ複数配置し、各陽極及び各陰極の電位をそれぞれ設定することが好ましい。

また、ガラス体と、電極とを、ガラス体の円周方向に相対的に揺動させることが好ましい。

また、電圧を印加した後に、ガラス体の外周面から所定深さまでの領域を除去する表面除去工程を有することが好ましい。

また、上記目的を達成することのできる本発明に係るガラス体の高純度化方法は、円筒形状のガラス体を、その中心軸を回転軸として1rpm以上100rpm以下の範囲内の回転速度で回転させながら、ガラス体の長手方向の少なくとも一部分に対して、ガラス体の外周面側と内周面側とに配置された電極から、ガラス体の略径方向に電圧を印加するものである。また、回転速度は、1rpm以上20rpm以下の範囲内とすることが好ましい。

また、電圧の電圧勾配を、ガラス体の内周面側から外周面側に向けて負の勾配とするとともに、電圧を印加した後に、ガラス体の外周面から所定深さまでの領域を除去する表面除去工程を有することが好ましい。

もしくは、電圧の電圧勾配を、ガラス体の外周面側から内周面側に向けて負の勾配とするとともに、電圧を印加した後に、ガラス体の内周面から所定深さまでの領域を除去する表面除去工程を有することが好ましい。

また、ガラス体の有効部の長手方向全体に対して、同時に電圧を印加することが好ましい。

もしくは、ガラス体に対して、長手方向に順次電圧を印加することが好ましい。

また、ガラス体に対して、長手方向に順次電圧を印加しつつ、電圧を印加した箇所を順次冷却することが好ましい。

また、ガラス体の略径方向に電圧を印加する場合には、ガラス体の有効部の長手方向の長さが500mm以上であることが好ましい。

また、上記目的を達成することのできる本発明に係るガラス体の高純度化方法は、円柱形状または円筒形状のガラス体の長手方向の第1端面及び第2端面の外側に配置された電極から、ガラス体の長手方向に電圧を印加するものである。

また、電圧の電圧勾配を、ガラス体の第1端面から第2端面に向かう方向で負の勾配とするとともに、電圧を印加した後に、ガラス体の第2端面から所定深さまでの領域を除去する端部除去工程を有することが好ましい。

また、ガラス体の長手方向に電圧を印加する場合には、ガラス体の有効部の長手方向の長さが500mm未満であることが好ましい。

また、電極をガラス体に接触させずに、電圧を印加することができる。

また、電極の少なくとも一部を前記ガラス体に接触させることができる。

また、円柱形状のガラス体の、電圧を印加する部分を、1450℃未満の温度になるように加熱して、電圧を印加することが好ましい。

あるいは、ガラス体の電圧を印加する部分を、1300℃未満の温度になるように加熱して、電圧を印加することが好ましい。

また、ガラス体の電圧を印加する部分を、450℃以上の温度になるように加熱して、電圧を印加することが好ましい。

もしくは、ガラス体の電圧を印加する部分を、600℃以上の温度になるように加熱して、電圧を印加することが好ましい。

もしくは、ガラス体の電圧を印加する部分を、900℃以上の温度になるように加熱して、電圧を印加することが好ましい。

また、ガラス体の有効部に含まれる不純物陽イオンの含有濃度を0.01重量ppm以下にすることが好ましい。

また、上記目的を達成することのできる本発明に係る高純度ガラス体は、ガラス体の略径方向に電圧を印加する上記のガラス体の高純度化方法により高純度化処理を施されており、外径100mm以上かつ有効部の長手方向の長さが500mm以上である。

ガラス体の略径方向に電圧が印加された高純度ガラス体は、有効部の長手方向の長さが長い場合に、その長さによって高純度化処理が妨げられないため、良好に高純度化処理がなされている。

また、上記目的を達成することのできる本発明に係る高純度ガラス体は、ガラス体の長手方向に電圧を印加する上記のガラス体の高純度化方法により高純度化処理を施されており、外径100mm以上かつ有効部の長手方向の長さが500mm未満である。

ガラス体の長手方向に電圧が印加された高純度ガラス体は、有効部の長手方向の長さが短い場合に、その長さが短いことによって良好に高純度化処理がなされている。

また、高純度ガラス体は、ガラス体の有効部における、不純物陽イオンの含有濃度が、0.01重量ppm以下であることが好ましい。

また、上記目的を達成することのできる本発明に係るガラス管の製造方法は、円柱形状または円筒形状のガラス体を加熱して軟化させ、ガラス体の軟化した領域に穿孔治具を接触させることで、ガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造方法において、穿孔治具をガラス体に接触させる際に、ガラス管の外周面

の外側に設けた少なくとも一対の電極からガラス管に電圧を印加して、ガラス管の略径方向に電圧勾配を発生させるものである。

なお、ここでいう穿孔とは、円柱状のガラス体に孔をあけることのみならず、円筒状のガラス体の孔の内径を拡げる（拡径する）ことも含まれる。

また、上記目的を達成することのできる本発明に係るガラス管の製造方法は、円柱形状または円筒形状のガラス体を加熱して軟化させ、ガラス体の軟化した領域に穿孔治具を接触させることで、ガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造方法において、穿孔治具をガラス体に接触させる際に、穿孔治具とガラス体の外周側、または、ガラス管の内周側と外周側に電圧を印加して、ガラス体またはガラス管の径方向に電圧勾配を発生させるものである。

また、上記目的を達成することのできる本発明に係るガラス管の製造方法は、円柱形状または円筒形状のガラス体を加熱して軟化させ、ガラス体の軟化した領域に穿孔治具を接触させることで、ガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造方法において、穿孔治具をガラス体に接触させる際に、ガラス体の長手方向の第1端面及び第2端面の外側に配置された電極から、ガラス体に電圧を印加して、ガラス管の長手方向に電圧勾配を発生させるものである。

また、ガラス管の成形の後、ガラス管における電圧勾配が低くされた側の少なくとも縁部を除去することが好ましい。

また、上記目的を達成することのできる本発明に係るガラス管の製造装置は、円柱形状または円筒形状のガラス体の周囲に配置された発熱体と、発熱体により加熱されたガラス体に接触させる穿孔治具とを備え、接触によりガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造装置において、ガラス体の外周面の外側に少なくとも一対の電極を備えているものである。

また、上記目的を達成することのできる本発明に係るガラス管の製造装置は、円柱形状または円筒形状のガラス体の周囲に配置された発熱体と、発熱体により加熱されたガラス体に接触させる穿孔治具とを備え、接触によりガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造装置において、穿孔治具が電極であるとともにガラス体の外周側に電極を備えているか、または、ガラス管の内周側と外周側

に電極を備えているものである。

また、上記目的を達成することのできる本発明に係るガラス管の製造装置は、円柱形状または円筒形状のガラス体の周囲に配置された発熱体と、発熱体により加熱されたガラス体に接触させる穿孔治具とを備え、接触によりガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造装置において、ガラス体の長手方向の両端面の外側に少なくとも一対の電極を備えているものである。

また、穿孔治具は、少なくともガラス体に接触する部分が、炭化ケイ素、熱分解炭素、金属炭化物のいずれかを含有するように表面処理されていることが好ましい。

ここで、ガラス管の内周側と外周側とに電極を設ける場合には、発熱体と穿孔治具の材質を、導電性材料である黒鉛とすれば、これら発熱体と穿孔治具を電極として利用することが可能である。また、穿孔治具の黒鉛は、黒鉛以外の不純物イオンの含有量が1 ppm以下であることが好ましい。

<図面の簡単な説明>

図1は、本発明の第1実施形態に係るガラス体の高純度化方法に使用できる第1の高純度化装置の概略縦断面図である。

図2は、本発明の第1実施形態に係るガラス体の高純度化方法を説明する図である。

図3は、本発明の第1実施形態に係るガラス体の高純度化方法の他の態様を説明する図である。

図4は、本発明の第1実施形態に係るガラス体の高純度化方法の他の態様を説明する図である。

図5は、本発明の第1実施形態に係るガラス体の高純度化方法の他の態様を説明する図である。

図6は、本発明の第2実施形態に係るガラス体の高純度化方法に使用できる第2の高純度化装置の概略縦断面図である。

図7は、本発明の第3実施形態及び第4実施形態の変形例に係るガラス体の高純度化方法に使用できる第3の高純度化装置の概略縦断面図である。

図 8 は、本発明の第 3 実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法に使用できる第 4 の高純度化装置の概略縦断面図である。

図 9 は、本発明の第 3 実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を説明する図である。

図 10 は、本発明の第 4 実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法に使用できる第 5 の高純度化装置の概略縦断面図である。

図 11 は、本発明の第 3 実施形態及び第 4 実施形態の変形例を説明する概略断面図である。

図 12 は、本発明の他の実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を説明する図である。

図 13 は、本発明の他の実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を説明する図である。

図 14 は、本発明の第 5 実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法に使用できる第 6 の高純度化装置の概略縦断面図である。

図 15 は、本発明の第 5 実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を説明する図である。

図 16 は、本発明の第 6 実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法に使用できる第 7 の高純度化装置の概略縦断面図である。

図 17 は、本発明の第 7 実施形態に係るガラス管の製造方法を実施するための製造装置を示す概要図である。

図 18 は、図 17 に示した加熱炉近傍の要部模式図である。

図 19 は、第 7 実施形態の装置の変形例を示す要部模式図である。

図 20 は、本発明の第 8 実施形態の装置を示す要部模式図である。

図 21 は、本発明の第 9 実施形態の装置を示す要部模式図である。

図 22 は、本発明の第 10 実施形態の装置を示す要部模式図である。

図 23 は、本発明の第 11 実施形態の装置を示す要部模式図である。

図 24 は、本発明の第 12 実施形態の装置を示す概要図である。

図 25 は、従来のガラス管の製造方法を実施する装置の要部模式図である。

なお、図中の符号、1, 2は電極、11はガラスパイプ、11Aはガラスパイプの第1端面、11Bはガラスパイプの第2端面、16はガラスロッド、101, 101aはガラス管の製造装置、103はガラスロッド(ガラス体)、104はダミーパイプ(ガラス体)、106はガラス管、110は入口側基台、111は第1送り支持台、112は第1チャック、120は出口側基台、121は第2送り支持台、122は第2チャック、130は穿孔治具、131は駒(電極)、132は支持ロッド、133は電極用部材(電極)、135は固定部材、140, 140a, 140bは加熱炉、141は発熱体(電極)、142はコイル、143, 145は空間、144は炉心管(電極)、146はダイス(電極)、である。

<発明を実施するための最良の形態>

(第1実施形態)

本発明に係るガラス体の高純度化方法の第1実施形態は、円筒形状のガラス体(以下、ガラスパイプと呼ぶ)に対して、外周面側に接触させた一対または複数対の電極から略径方向に電圧を印加して、その電圧勾配によってガラス体に含まれる不純物を一方の電極側に移動させるものである。

本実施形態の高純度化方法を実施できる高純度化装置について以下に説明する。

第1の高純度化装置100は、図1の概略縦断面図に示すように、長尺状の基台21と、ガラスパイプ11を囲繞できるように基台21の長手方向に沿って特定距離で配置された加熱手段22と、電源51とを有している。

基台21は、長手方向が略鉛直方向となるように配置されており、加熱手段22の上方には、ガラスパイプ11の一端部を把持できる第1チャック31が第1支持台32を介して基台21に対して取付けられている。加熱手段22の下方には、ガラスパイプ11の他端部を把持できる第2チャック41が第2支持台42を介して基台21の外に取付けられている。第1チャック31及び第2チャック41は、それぞれモータ(図示せず)により、互いが同期して回転することによって、ガラスパイプ11がその中心軸を回転軸として回転できるように構成され

ている。

また、第2支持台42は、ガラスパイプ11の第1チャック31及び第2チャック41に対する脱着を容易とするために、鉛直方向に移動可能に構成されている。

さらに、加熱手段22の内側には、ガラスパイプ11の外周を挟むように配置された一対の電極1, 2が設けられている。これら電極1, 2は、加熱手段22と同程度の長さを有しており、ガラスパイプ11の有効部11aの長手方向にわたって全体的に接触でき得る長さである。電極1, 2は、基台21に設置された電極支持部3により支持されている。この電極支持部3は、電極1, 2をそれぞれガラスパイプ11の径方向に開閉するように移動させることができ、第1, 第2チャック31, 41に把持されたガラスパイプ11に対して、挟み込むように接触させることができる。また、電極1, 2は、ガラスパイプ11に接触する面が、ガラスパイプ11の外周面と同様の曲率で湾曲した形状となっている。これにより、電極1, 2とガラスパイプとの間で、所望の接触面積を得ることができる。

電源51は、通常、直流電源とされており、例えば、プラス極から出た導電線が電極2に接続され、マイナス極から出た導電線が電極1に接続されている。すなわち、電極2は陽極とされ、電極1は陰極とされている。なお、陽極と陰極は、逆であっても良い。電極1, 2の素材としては、グラファイトや表面処理グラファイトなどを挙げるができる。特に、電極1, 2の素材は、ガラスパイプ11に接触することを考慮すると表面処理グラファイトであることが好ましい。表面処理グラファイトの具体例としては、表面に熱分解炭素(PyC)、金属炭化物(NbC, TaC, TiC, ZrC)、または炭化ケイ素(SiC)が設けられたグラファイトを好適に挙げるができる。このような表面処理グラファイトを用いることで、電極1, 2からガラスパイプ11に不純物が侵入することを防止できる。

加熱手段22は、円筒状の発熱体を有しており、この発熱体は、例えば抵抗加熱方式により発熱させることができる。

また、加熱手段 2 2 が備えている発熱体の素材は、カーボン等を好適に例示できる。

ここで、グラファイト等のカーボンは、不純物の含有量が 1 p p m 以下であるのが好ましく、これにより、ガラスパイプ 1 1 に不純物が侵入しにくくなる。

また、例えば第 1 チャックの上端部 3 1 A には、把持されたガラスパイプ 1 1 の空間と連通できるガス管 8 4 が設けられており、ガス管 8 4 は流路の開閉を実施できるバルブ 8 2 を介して内側ガス供給装置 8 3 に接続されている。さらに、例えば第 2 チャック 4 1 の下端には、把持されたガラスパイプ 1 1 の空間と連通できるガス管 6 3 が設けられており、ガス管 6 3 は、流路の開閉を実施できるバルブ 6 1 を介して吸気ポンプ 8 1 に接続されている。

また、第 1 の高純度化装置 1 0 0 は、基台 2 1 の上方から下方に向けて、外側ガス G 2 を吹き出すガス吹き出し口 2 7 が設けられている。

次に、第 1 の高純度化装置 1 0 0 を使用する本発明の第 1 実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法について説明する。

第 2 チャック 4 1 と加熱手段 2 2 とが十分に離れた状態で、ガラスパイプ（石英パイプ） 1 1 の上端を第 1 チャック 3 1 にて把持する。なお、このとき電極 1 , 2 は電極支持部 3 の駆動により開いた状態となっている。

ここで、ガラスパイプ 1 1 は、高純度化する有効部 1 1 a の上下にダミーパイプ 1 1 b が接続されてなるものである。第 1 チャック 3 1 , 第 2 チャック 4 1 で把持される部分はダミーパイプ 1 1 b である。ダミーパイプは、通常、純度の低い廉価なパイプとされており、高純度化後には有効部 1 1 a から切り離される。有効部 1 1 a は、略全域が、加熱手段 2 2 からの熱を受けて 1 3 0 0℃未満の温度に加熱され得る長さとしてされている。有効部 1 1 a の素材は、光ファイバ用として、通常、S i O₂を 9 9 . 9 9 重量%以上含有する高純度の S i O₂とされているが、フッ素や塩素、ホウ素、ゲルマニウム等の屈折率調整用の添加物を含有していても良い。この場合には、S i O₂の濃度は、これらの添加物の分量に応じて低くなる。なお、これらの添加物は、本明細書中における不純物陽イオンの範疇には含まれないものとする。

次いで、第2支持台42を、加熱手段22に向けて鉛直方向に移動させ、ガラスパイプ11の下端を、第2チャック41にて把持する。そして、電極1, 2を電極支持部3によりガラスパイプ11に向けて移動させ、図2に示すように、ガラスパイプ11に対して外周の一部を挟むように接触させる。

次いで、バルブ82を閉状態、バルブ61を開状態にして、吸気ポンプ81を作動させて、ガラスパイプ11の中空からのガスの排気を行った後、バルブ82を開状態、バルブ61を閉状態にして、内側ガス供給装置83を作動させて、該中空へ内側ガスG1を供給する。バルブ82は、必要に応じて閉状態とされる。内側ガスG1は、アルゴン等の希ガスや窒素ガスなどとされている。ガラスパイプ11の中空内における内側ガスG1の圧力は、内側ガスG1の供給量などを調整することによって、 $-0.5 \text{ kPa} \cdot \text{gage} \sim -1.5 \text{ kPa} \cdot \text{gage}$ とされるのが好ましい。内側ガスG1の圧力は陽圧であることがさらに好ましく、その場合、 $0.1 \text{ kPa} \cdot \text{gage} \sim 1.0 \text{ kPa} \cdot \text{gage}$ とする。

次いで、ガス吹き出し口27からアルゴン等の希ガスや窒素ガスなどの外側ガスG2を基台21の上方から下方に向けて流動させながら、加熱手段22を作動させてガラスパイプ11を 1300°C 未満の温度で加熱するとともに、電源51を作動させて電極1, 2からガラスパイプ11に対して電圧を印加する。電圧は、通常、直流電圧であり、 $1 \text{ kV} \sim 50 \text{ kV}$ の範囲内で設定するのが好ましい。外側ガスG2の流量は、 $10 \text{ リットル/分} \sim 20 \text{ リットル/分}$ 、外側ガスG2の圧力は、 $0.1 \text{ kPa} \cdot \text{gage} \sim 1.0 \text{ kPa} \cdot \text{gage}$ とされるのが好ましい。また、内側ガスG1の圧力と外側ガスG2の圧力がほぼ等しいことが好ましい。

ここでは、図2に示すように、陽極である電極2と、陰極である電極1とが、対向するようにガラスパイプ11の外周面の外側に接触して配置される。これにより、ガラスパイプ11には、電圧勾配の方向がガラスパイプ11の略径方向となる電圧が印加される。また、電圧勾配は、電極2が接触する側から電極1が接触する側に向けて負の勾配となっている。なお、電圧の電圧勾配の方向がガラスパイプ11の略径方向になるとは、ガラスパイプ11の内周面側と外周面側との

間で半径方向に電圧差が生じることの他、ガラスパイプ 11 の直径方向に電圧差が生じることにも含まれる。本実施形態では、電極 1, 2 の間で、ガラスパイプ 11 の直径方向に電圧勾配が発生する。

図 2 に、電圧勾配が発生した状態におけるガラスパイプ 11 の半径方向の断面図を模式図にて示す。

この電圧勾配により、ガラスパイプ 11 に含有されている不純物陽イオン C (リチウムイオン, ナトリウムイオン, カリウムイオン等のアルカリ金属イオンや銅イオンなど) は、図 2 (a) に示すように、陰極である電極 1 が接触したガラスパイプ 11 の外周面側方向に移動する。

そして、この電圧の印加を一定時間継続することによって、図 2 (b) に示すように、ガラスパイプ 11 に含有されている不純物陽イオン C を、陰極である電極 1 が接触した部分の近傍に集中させて偏在させることができる。

このとき、ガラスパイプ 11 は、少なくとも電圧を印加する部分、すなわち有効部 11 a が 1300℃未満の温度となるように加熱されると良い。ガラスパイプ 11 が加熱されて温度が上昇するにしたがって、ガラスパイプ 11 内に含まれる不純物陽イオンの拡散係数が上がり、電圧勾配が負となっている方向に移動しやすくなる。

ガラスパイプ 11 の加熱温度が低い状態では、電極 1, 2 から不純物がガラスパイプ 11 内に混入しにくく、電極 1, 2 として用いる材質を選定する際の自由度が広がる。ただし、電圧を印加する処理時間を長く設ける必要が生じたり、不純物陽イオンの種類によっては、ガラスパイプ 11 内を移動させることが困難になったりする。

ガラスパイプ 11 の加熱温度が高い状態では、電圧を印加する処理時間を短くすることができる。ただし、ガラスパイプ 11 が変形しやすくなるとともに、電極 1, 2 の材質によっては、不純物がガラスパイプ 11 内に混入しやすくなるため、電極 1, 2 として用いることのできる材質が、例えば上述したような表面処理グラファイト等が望ましい。

好ましくは、有効部 11 a が 450℃以上の温度となるように加熱する。より

好ましくは、有効部 11a が 600℃以上の温度となるように加熱する。さらに好ましくは、有効部 11a が 900℃以上の温度となるように加熱する。450℃以上の温度であれば、アルカリ金属の除去が容易であり、600℃以上の温度であれば、2価の金属イオン (Cu^{2+} 等) の除去が概ね容易であり、900℃以上の温度であれば、鉄イオン (Fe^{3+}) やニッケルイオン (Ni^{2+}) の除去が容易である。

ただし、ガラスパイプ 11 が 1300℃を超える温度に曝されると、ガラスパイプ 11 の変形が著しくなり、高純度化後のガラスパイプ 11 に対して、内径および外径を長手方向に一定とするための後加工工程を追加する必要性が極めて高くなる。

したがって、ガラスパイプ 11 に対する加熱温度の好ましい下限値は 450℃あるいは 600℃であり、上限値は 1300℃未満である（以下の実施形態でも同様）。

電圧を印加する工程では、第 1 チャック 31 と第 2 チャック 41 とを同期して回転させつつ、その回転方向を短周期的に反転させることによって、ガラスパイプ 11 を、その中心軸を回転軸として電極 1, 2 に対して円周方向に揺動させると良い。例えば、図 3 に示すように、ガラスパイプ 11 の外周面のうち、半周づつの領域（図中の破線 X で区切られた領域）がそれぞれ電極 1, 2 に接触するようにガラスパイプ 11 を揺動させることで、ガラスパイプ 11 内の径方向の断面の全域にわたって満遍なく電圧を印加することができ、不純物陽イオンの移動を効果的に促すとともに、ガラスパイプ 11 の外周面付近の広い範囲に不純物陽イオンを偏在させることができる。したがって、不純物陽イオンを外周面付近の浅い領域内に偏在させることができ、高純度化された領域を効果的に大きくすることができる。

また、ガラスパイプを揺動させることにより、ガラスパイプ 11 が加熱手段 2 から受ける熱を周方向でより均一化することができる。よって、ガラスパイプ 11 の温度が周方向で不均一となることに起因するガラスパイプ 11 の変形をより確実に低減できる。高純度化装置における加熱手段がガラスパイプの周方向に

部分的に設けられる場合には、揺動させることが特に好ましい。

電圧を印加する工程の後には、ガラスパイプ 11 の外周面から所定深さまでの領域を除去する表面除去工程を実施すると良い。これにより、ガラスパイプ 11 の外周面側に偏在した不純物陽イオンを除去でき、高純度化された部分のみを残したガラスパイプ 11 を得ることができる。表面除去工程は、研削加工処理やフッ酸等の化学エッチング処理、または火炎研磨処理などを使用することによって実施できる。

以上説明した第 1 実施形態に係るガラス体（ガラスパイプ）の高純度化方法における好適な実施条件を以下に示す。

ガラスパイプの外径：120 mm

ガラスパイプの内径：10 mm～15 mm

ガラスパイプの長手方向長さ：1200 mm

加熱手段の温度：1200℃

印加電圧：40 kV

電圧印加工時間：30 時間

表面除去工程において除去されるガラスパイプの外周面からの深さ：1.5 mm

電極（1 つあたり）の幅：48 mm

ここでいう電極の幅とは、例えば図 2 に示したような、ガラス体の断面方向において、電極がガラス体に接触する部分を接線方向に直線的に測った長さを指す。

このような条件により高純度化処理を行ったガラスパイプ 11 は、有効部 11a に含まれる不純物陽イオンの含有濃度を 0.01 重量 ppm 以下とすることができる。

また、第 1 実施形態に係るガラス体の高純度化方法における、加熱温度と印加電圧と処理時間との関係の一例を表 1 に示す。

表 1

	加熱温度 (°C)	印加電圧 (k V)	処理時間 (h)
例 1	4 5 0	5 0	2 0 0
例 2	6 0 0	4 5	8 0
例 3	9 0 0	4 0	5 0

表 1 に示す例 1 の場合は、アルカリ金属の不純物陽イオンを移動させることができる。例 2 の場合は、アルカリ金属の他、2 価以下の金属イオンを移動させることができる。例 3 の場合は、例 1，例 2 で移動可能な不純物陽イオンに加えて、他の不純物陽イオンも移動させることができる。

なお、図 1 に示した第 1 の高純度化装置 1 0 0 は、一対の電極 1，2 を用いてガラスパイプ 1 1 に対して電圧を印加するものである。この場合、電極（1 つあたり）の幅は、ガラス体の外径の 2 0 %～4 0 %とすることが好ましい。

また、電極を複数対設けて電圧を印加するように構成しても良い。例えば、図 4 に示す模式図のように、陽極となる電極 1 a，1 b，1 c と陰極となる電極 2 a，2 b，2 c とからなる三対の電極を設けても良い。このとき、ガラスパイプ 1 1 の外周面の半分の領域に電極 1 a，1 b，1 c を配置し、もう半分の領域に電極 2 a，2 b，2 c を配置する。この場合、電極（1 つあたり）の幅は、ガラス体の外径の 1 0 %～3 0 %とすることが好ましい。そして、それぞれ対となっている電極 1 a，2 a、電極 1 b，2 b、電極 1 c，2 c に印加する電圧をそれぞれ設定すると良い。例えば、三対の電極のうち中央に位置する電極 1 b，2 b には、3 0 k V の電圧を印加し、他の電極である電極 1 a，2 a、及び電極 1 c，2 c には、2 5 k V の電圧を印加する。これにより、電極 1 b が接触している箇所を中心に効果的に不純物陽イオンを移動させて偏在させることができる。

また、図 5 に示すように、電圧を印加する工程では、図 3 を参照して説明したように、ガラスパイプ 1 1 を、その中心軸を回転軸として電極 1，2 に対して円周方向に揺動させると良い。これにより、不純物陽イオンの移動を効果的に促す

とともに、ガラスパイプ 11 の外周面付近の広い範囲に不純物陽イオンを偏在させることができる。

図 4 を参照して説明した実施形態に係るガラス体（ガラスパイプ）の高純度化方法における好適な実施条件を以下に示す。

ガラスパイプの外径：120 mm

ガラスパイプの内径：10 mm～15 mm

ガラスパイプの長手方向長さ：1200 mm

加熱手段の温度：1100℃

印加電圧（電極 1b, 2b）：30 kV

印加電圧（電極 1a, 2a、1c, 2c）：25 kV

電圧印加工時間：30 時間

表面除去工程において除去されるガラスパイプの外周面からの深さ：1.5 mm

電極（1つあたり）の幅：36 mm

このような条件により高純度化処理を行ったガラスパイプ 11 は、有効部 11a に含まれる不純物陽イオンの含有濃度を 0.008 重量 ppm 以下とすることができる。

以上に説明した本発明に係る第 1 実施形態のガラス体の高純度化方法によれば、ガラスパイプの変形を抑制しつつ高純度化を実施でき、ガラスパイプの内径および外径を長手方向に一定とするための後成形加工工程（ガラスパイプの部分又は全体的な内周面および外周面に対する切削加工や、部分又は全体的な縮径などを省略できるので、高純度化されたガラスパイプの製造コストを非常に低減できる。ここでいう切削加工とは、例えば NC 旋盤等で、ガラス体を長手方向にその外径が均一となるように加工することを指す。なお、上記の表面除去工程は、エッチングや外周研削により、変形が抑制されつつ高純度化がなされたガラスパイプの外周面を所定深さで除去する工程である。これは所定深さを除去する工程に限られ、変形による後成形加工工程と比較して実施が極めて容易な工程である。

(第2実施形態)

上述したガラス体の高純度化方法の第1実施形態は、ガラスパイプの有効部の長手方向全体に対して、同時に電圧を印加する態様であったが、本発明に係るガラス体の高純度化方法の第2実施形態は、ガラスパイプに対して、外周面側に接触させた電極からの略径方向への電圧の印加を、長手方向に順次行うものである。

。

第2の高純度化装置200には、図6の概略縦断面図に示すように、第1の高純度化装置100が具備する加熱手段22に代えて、長手方向の長さが短く設定された加熱手段23が設けられるとともに、電極1、2に代えて、電極5、6が加熱手段23と同程度の長さであるように構成されている。

また、第2の高純度化装置200は、第1の高純度化装置100が具備する第1支持台32及び第2支持台42に代えて、それぞれ、第1支持台35及び第2支持台45を有している。第1支持台35及び第2支持台45はモータ（図示せず）を備えており、基台21に沿いながら、それぞれ所定速度で鉛直方向に移動可能に構成されている。

次に、第2の高純度化装置200を使用する本発明の第2実施形態に係るガラス体の高純度化方法を、主として、第1実施形態との相違点を挙げることにより説明する。

第1実施形態と同様に、ガラスパイプ11の端部を、第1チャック31及び第2チャック41にて把持する。有効部11aの長手方向の長さは、加熱手段23の長手方向の長さよりも十分に長く、有効部11aの一部領域が加熱手段23からの熱を受けて1300℃未満の温度となるように加熱され得る長さとなっている。

第2実施形態では、第1支持台35及び第2支持台45を基台21に沿って移動させて、ガラスパイプ11を加熱手段23に対して相対移動させることによって、1300℃未満の温度に加熱するとともに、略径方向への電圧の印加を、ガラスパイプ11の全域に対して実施できる。なお、ガラスパイプ11の代わりに加熱手段を動かしても良い。

第2実施形態においても、第1実施形態と同様に、ガラスパイプ11を、その中心軸を回転軸として、電極5, 6に対して円周方向に揺動させながら実施するのが好ましい。また、電圧印加工程の後に、上記の表面均一除去工程を実施しても良い。

以上に説明した第2実施形態によれば、第1実施形態と同等の効果を奏することができる。

なお、図6に示すように、第2実施形態では、加熱手段23の上部近傍に冷却手段7が設けられていると良く、ガラスパイプ11のうち、加熱手段23により加熱されるとともに電圧が印加されて不純物陽イオンが偏在化された部分に対して、強制的に冷却を行うと良い。

冷却手段は、図6に示すように不活性ガスやクリーンエア等の冷却用の気体をガラスパイプ11に向けて噴出するものや、あるいは水冷のジャケット（図示せず）がガラスパイプ11の周囲を覆うものであっても良い。また、冷却は、ガラスパイプ11の冷却箇所が800℃以下、あるいは500℃以下の温度となるように行うことが好ましい。

不純物陽イオンの拡散係数が十分に低くなって移動しにくくなる温度まで強制的に冷却を行うことにより、不純物陽イオンが偏在した直後のガラスパイプ11に対して、偏在した不純物陽イオンが再びガラスパイプ11内に拡散してしまう前に、不純物陽イオンをガラスパイプの外周に偏在したままとすることができる。したがって、本発明に係るガラス体の高純度化方法の効果を最大限に得ることができる。

なお、上記第1及び第2実施形態において、高純度化処理を行う対象のガラス体として、円筒形状のガラスパイプを例に挙げて説明したが、円柱形状のガラス体（以下、ガラスロッドと呼ぶ）を対象とすることもできる。その場合、ガラスパイプを高純度化する場合と同様の装置及び方法により高純度化を行うことができる。ただし、ガラスパイプの内側に流す内側ガスを用いる必要がない。

図7に示すように、ガラスロッドを高純度化するために好適に用いられる第3の高純度化装置100aは、図1に示す第1の高純度化装置100から、内側ガ

スG 1を用いるための構成を除いたものである。

ガラスロッド1 6は、高純度化する有効部1 6 aの上下にダミーロッド1 6 bが接続されてなるものである。有効部1 6 aは、上述したガラスパイプ1 1の有効部1 1 aと同様の材質であり、ダミーロッド1 6 bは、上述したガラスパイプ1 1のダミーパイプ1 1 bと同様の材質である。

また、この図7に示した第3の高純度化装置1 0 0 aは、有効部1 6 aの長手方向の全体に対して同時に電圧を印加する場合に用いられるが、ガラスロッド1 6に対しても、略径方向の電圧を長手方向に順次印加する方法を採用できる。例えば、図6を参照して説明したように、ガラスパイプ1 1に対して略径方向の電圧を長手方向に順次印加する場合と同様にして、ガラスロッド1 6に対しても高純度化処理を行うことができる。

また、ガラスロッドは、内側に空間が形成されているガラスパイプと異なり、中実のガラス体であるため、ガラスパイプと比較して熱による変形が起こりにくい。そのため、高純度化する際の加熱温度の上限を、ガラスパイプより高く設定することができる。ガラスロッドにおいて、加熱される温度の好ましい上限値は、1 4 5 0℃である。

例えば、第1実施形態において示した例1から例3（表1参照）に対して、第1実施形態とほぼ同様の条件下でガラスロッドを高純度化処理する場合には、例えば加熱温度を1 4 0 0℃として、印加電圧を4 0 k Vとすると、処理時間は2 4時間となり、例3と同様の不純物陽イオンを移動させることができる。

（第3実施形態）

本発明に係るガラス体の高純度化方法の第3実施形態は、ガラスパイプに対して、外周面側と内周面側とに配置された電極から略径方向に電圧を印加して、その電圧勾配によってガラス体に含まれる不純物を外周面側あるいは内周面側に移動させるものである。

第4の高純度化装置3 0 0は、図8の概略縦断面図に示すように、長尺状の基台2 1と、ガラスパイプ1 1を囲繞できるように基台2 1の長手方向に沿って特定距離で配置された加熱手段2 2と、電源5 1とを有している。基台2 1は、長

手方向が略鉛直方向となるように配置されており、加熱手段 2 2 の上方には、ガラスパイプ 1 1 の一端部を把持できる第 1 チャック 3 1 が第 1 支持台 3 2 を介して基台 2 1 に対して取付けられている。加熱手段 2 2 の下方には、ガラスパイプ 1 1 の他端部を把持できる第 2 チャック 4 1 が第 2 支持台 4 2 を介して基台 2 1 に取付けられている。第 1 チャック 3 1 及び第 2 チャック 4 1 は、それぞれモータ（図示せず）により、互いが同期して回転することによって、ガラスパイプ 1 1 がその中心軸を回転軸として回転できるように構成されている。

また、第 2 支持台 4 2 は、ガラスパイプ 1 1 の第 1 チャック 3 1 及び第 2 チャック 4 1 に対する脱着を容易とするために、鉛直方向に移動可能に構成されている。

第 1 チャック 3 1 の上方には、電極固定部材 3 3 が取付けられており、長尺状の内側電極 1 2 は、第 1 チャックの上端部 3 1 A を突き抜ける導電性の電極接続部 1 4 を介して電極固定部材 3 3 に把持されている。ここで、内側電極 1 2 は、鉛直方向下向きに加熱手段 2 2 の下端近傍に至るまで延びるように構成されている。内側電極 1 2 は、その横断面における最大外径が、高純度化処理に供されるガラスパイプ 1 1 の内径よりも小さくなるように設定されており、ガラスパイプ 1 1 と内側電極 1 2 とが接触しないように構成されている。

また、例えば第 1 チャックの上端部 3 1 A には、把持されたガラスパイプ 1 1 の中空と連通できるガス管 8 4 が設けられており、ガス管 8 4 は流路の開閉を実施できるバルブ 8 2 を介して内側ガス供給装置 8 3 に接続している。さらに、例えば第 2 チャック 4 1 の下端には、把持されたガラスパイプ 1 1 の中空と連通できるガス管 6 3 が設けられており、ガス管 6 3 は、流路の開閉を実施できるバルブ 6 1 を介して吸気ポンプ 8 1 に接続している。

電源 5 1 は、通常、直流電源とされており、プラス極から出た導電線が電極接続部 1 4 に接続している。内側電極 1 2 及び電極接続部 1 4 の素材としては、上述したグラファイトや表面処理グラファイトなどを挙げることができる。特に、内側電極 1 2 の素材は、表面処理グラファイトであることが好ましい。

一方、電源 5 1 のマイナス極から出た導電線は、加熱手段 2 2 が備える発熱体

に接続している。発熱体の素材は、カーボン等を好適に例示できる。

ここで、グラファイト等のカーボンは、不純物の含有量が1 p p m以下であるのが好ましく、これにより、ガラスパイプ11に不純物が侵入されにくくなる。

また、第4の高純度化装置300は、基台21の上方から下方に向けて、外側ガスG2を吹き出すガス吹き出し口27が設けられている。

次に、第4の高純度化装置300を使用する本発明の第3実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法について説明する。

第2チャック41と加熱手段22とが十分に離れた状態で、ガラスパイプ（石英パイプ）11の上端を、ガラスパイプ11の中空に内側電極12が収容されるように、第1チャック31にて把持する。

ここで、ガラスパイプ11は、第1実施形態で説明したものと同様のものである。

次いで、第2支持台42を、加熱手段22に向けて鉛直方向に移動し、ガラスパイプ11の下端を、第2チャック41にて把持する。ここでは、ガラスパイプ11の中心軸と内側電極12の中心軸とはほぼ一致しており、ガラスパイプ11が内側電極12に対して接触しないように取付けられる。

次いで、バルブ82を閉状態、バルブ61を開状態にして、吸気ポンプ81を作動させて、ガラスパイプ11の中空からのガスの排気を行った後、バルブ82を開状態、バルブ61を閉状態にして、内側ガス供給装置83を作動させて、該中空へ内側ガスG1を供給する。バルブ82は、必要に応じて閉状態とされる。内側ガスG1は、アルゴン等の希ガスや窒素ガスなどとされている。ガラスパイプ11の中空内における内側ガスG1の圧力は、内側ガスG1の供給量などを調整することによって、 $-0.5 \text{ kPa} \cdot \text{gage} \sim -1.5 \text{ kPa} \cdot \text{gage}$ とされるのが好ましい。もしくは、内側ガスG1の圧力は陽圧であることが好ましく、その場合、 $0.1 \text{ kPa} \cdot \text{gage} \sim 1.0 \text{ kPa} \cdot \text{gage}$ とする。

次いで、ガス吹き出し口27からアルゴン等の希ガスや窒素ガスなどの外側ガスG2を基台21の上方から下方に向けて流動させながら、加熱手段22を作動させてガラスパイプ11を1300℃未満の温度で加熱するとともに、電源51

を作動させてガラスパイプ 11 に対して電圧を印加することにより、電圧印加工程を実施する。電圧は、通常、直流電圧であり、1 kV～50 kV の範囲とするのが好ましい。外側ガス G2 の流量は、10 リットル／分～20 リットル／分、外側ガス G2 の圧力は、0.5 kPa・gauge～1.5 kPa・gauge とされるのが好ましい。

ここでは、陽極である内側電極 12 と、陰極である加熱手段 22 とが、対向するようにガラスパイプ 11 の内側と外側に配置されるとともに、内側電極 12 とガラスパイプ 11 との間に内側ガス G1 が介在し、陰極とガラスパイプ 11 との間に外側ガス G2 が介在している。これにより、ガラスパイプ 11 には、電圧勾配の方向がガラスパイプ 11 の略径方向となる電圧が印加される。また、電圧勾配は、ガラスパイプ 11 の内周面側から外周面側に向けて負の勾配となっている。なお、本実施形態において、電圧の電圧方向がガラスパイプ 11 の略径方向になるとは、内側電極 12 がガラスパイプ 11 の中心軸からずれるなどして、電圧勾配の方向がガラスパイプ 11 の径方向からわずかにずれる場合も包含するものである。

これにより、ガラスパイプ 11 に含有されている不純物陽イオン C は、図 8 の要部断面図である図 9 (a) に示すように、ガラスパイプ 11 の外周面方向に移動する。

そして、電圧印加工程を一定時間継続することによって、ガラスパイプ 11 に含有されている不純物陽イオン C を、ガラスパイプ 11 の外周面から拡散させ、外側ガス G2 の流動を利用して第 1 の高純度化装置 100 から排出させるか、図 9 (b) の要部断面図に示すように、ガラスパイプ 11 の外周面近傍にて偏在させることができる。

また、前記したように、ガラスパイプ 11 は、1300℃未満の温度で加熱されると良い。

本実施形態において、電圧印加工程は、第 1 チャック 31 と第 2 チャック 41 とを同期して回転させることによって、ガラスパイプ 11 を、その中心軸を回転軸として 1 rpm 以上 100 rpm 以下の範囲内の回転速度で回転させながら実

施する。なお、ここでは、ガラスパイプ 11 の中心軸と前記回転軸とが多少ずれている場合も含むものとする。

回転速度を 1 r p m 以上とすることによって、ガラスパイプ 11 が加熱手段 22 から受ける熱を周方向でより均一することができる。よって、ガラスパイプ 11 の温度が周方向で不均一となることに起因するガラスパイプ 11 の変形を効果的に低減できる。特に、高純度化装置における加熱手段がガラスパイプの周方向に連続して設けられない場合は、上記回転速度範囲内でガラスパイプを回転させるのが好ましい。

一方、回転速度を 100 r p m 以下とすることによって、遠心力に起因するガラスパイプ 11 の変形を効果的に抑制できる。特に、回転速度を 20 r p m 以下とすると、遠心力に起因するガラスパイプ 11 の変形をより確実に抑制でき、好ましい。

電圧印加工程の後には、必要に応じて、ガラスパイプ 11 の外周面から所定深さまでの領域を均一に除去する表面均一除去工程を実施することができ、これにより、ガラスパイプ 11 の高純度化をより確実に行うことができる。

第 3 実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法における好適な実施条件を以下に示す。

ガラスパイプの外径：75 mm～150 mm

ガラスパイプの内径：52.5 mm～105 mm

ガラスパイプの長手方向長さ：1000 mm～1500 mm

電圧印加工程時間：20 時間～30 時間

表面均一除去工程において除去されるガラスパイプの外周面からの深さ：0.1 mm～0.3 mm

以上に説明した本発明の第 3 実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法によれば、ガラスパイプの変形を抑制しつつ高純度化を実施でき、ガラスパイプの内径および外径を長手方向に一定とするための後成形加工工程（ガラスパイプの内周面および外周面に対する切削や、部分又は全体的な縮径など）を省略できるので、高純度化されたガラスパイプの製造コストを非常に低減できる。なお、必

要に応じて追加される前記表面均一除去工程は、変形が抑制されつつ高純度化がなされたガラスパイプの周面を所定深さで除去する工程である。これは所定深さを均一に除去する工程に限られ、変形による後成形加工工程と比較して実施が極めて容易な工程である。なお、それぞれの電極がガラスパイプに接するようにしても良い。

(第4実施形態)

第5の高純度化装置400には、図10の概略縦断面図に示すように、第4の高純度化装置300が具備する加熱手段22に代えて、長手方向長さが短く設定された加熱手段23が設けられるとともに、内側電極12に代えて、内側電極13が加熱手段23と同程度の長さであるように構成されている。

また、第5の高純度化装置400は、第4の高純度化装置300が具備する第1支持台32及び第2支持台42に代えて、それぞれ、第1支持台35及び第2支持台45を有している。第1支持台35及び第2支持台45はモータ（図示せず）を備えており、基台21に沿いながら、それぞれ所定速度で鉛直方向に移動可能に構成されている。

次に、第5の高純度化装置400を使用する本発明の第4実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を、主として、第3実施形態との相違点を挙げることにより説明する。

第3実施形態と同様に、ガラスパイプ（石英パイプ）11の端部を、ガラスパイプ11の中空に内側電極13が収容されるように、第1チャック31及び第2チャック41にて把持する。有効部11aの長手方向長さは、加熱手段23の長手方向長さよりも十分に長く、有効部11aの一部領域が加熱手段22からの熱を受けて1300℃未満の温度に加熱され得る長さとなっている。

第4実施形態では、第1支持台35及び第2支持台45を基台21に沿って移動させて、ガラスパイプ11を加熱手段23に対して相対移動させることによって、1300℃未満の温度に加熱するとともに電圧を印加する電圧印加工程を、ガラスパイプ11の全域に対して実施できる。ガラスパイプ11の代わりに加熱手段を動かしても良い。

また、本実施形態においても、図 6 に示した冷却手段 7 を用いて、電圧を印加した後のガラスパイプ 11 を冷却すると良い。

第 4 実施形態においても、第 3 実施形態と同様に、ガラスパイプ 11 を、その中心軸を回転軸として 1 r p m 以上 1 0 0 r p m 以下の範囲内の回転速度で回転させながら実施する。より好ましくは、回転速度を 1 r p m 以上 2 0 r p m 以下とする。また、電圧印加工工程の後に、前記表面除去工程を実施しても良い。

以上に説明した第 4 実施形態によれば、第 3 実施形態と同等の効果を奏することができる。

第 3 実施形態及び第 4 実施形態においては、図 11 の概略断面図に示すように、加熱手段 22, 23 と電源とを接続しない代わりに、ガラスパイプ 11 の外周面と加熱手段 22, 23 との間に、電源と接続する外側電極 15 を別途配置しても良い。

また、第 3 実施形態及び第 4 実施形態では、内側電極を陽極とし、外側電極あるいは加熱手段を陰極としたが、内側電極を陰極とし、外側電極あるいは加熱手段を陽極とする実施形態も例示できる。

この場合、ガラスパイプ 11 には、前記第 3 及び第 4 実施形態と同様に、電圧勾配の方向がガラスパイプ 11 の略径方向となる電圧が印加されるが、電圧勾配は、ガラスパイプ 11 の外周面側から内周面側に向けて負の勾配となる。

これにより、ガラスパイプに含有されている不純物陽イオン（リチウムイオン，ナトリウムイオン，カリウムイオン等のアルカリ金属イオンや銅イオンなど）は、ガラスパイプの内周面方向に移動する。

よって、電圧印加工工程の後に、ガラスパイプの内周面から所定深さまでの領域を除去する表面除去工程を実施することによって、ガラスパイプの高純度化をより確実に行うことができる。

また、前記第 3 及び第 4 実施形態では、内側ガスをガラスパイプ 11 の中空内に封入するとともに、外側ガスを流動させる形態としたが、内側ガスをガラスパイプの中空内で流動させるとともに、外側ガスを基台内で流動させる形態であっても良い。

また、前記実施形態では、電圧印加工程において内側ガスG 1 と外側ガスG 2 とを使用する形態を例示したが、本発明の実施形態のガラスパイプの高純度化方法はこれに限らない。

すなわち、例えば、内側ガスG 1 を使用せずに、中心軸を回転軸として回転するガラスパイプの内周面に対して内側電極を摺接させる形態、外側ガスG 2 を使用せずに、中心軸を回転軸として回転するガラスパイプの外周面に対して外側電極を摺接させる形態、及び、これらを組み合わせた形態（図 1 2 参照：この場合、内側ガスG 1、外側ガスG 2 を必要としない。）なども例示できる。ガラスパイプに摺接する電極としては、電極からガラスパイプへの不純物の移動を確実に抑制するために、前掲の表面処理グラファイトを好適に例示できる。

また、図 1 3 の概略断面図に示すように、加熱手段 2 2, 2 3 と電源とを接続しない代わりに、ガラスパイプ 1 1 の外周面と加熱手段 2 2, 2 3 との間に、電源と接続し、なおかつガラスパイプ 1 1 の外周面に接触する外側電極 1 5 を別途配置しても良い。

また、図 1 2 に示した態様の実施形態に係るガラス体（ガラスパイプ）の高純度化方法における好適な実施条件を以下に示す。

ガラスパイプの外径：1 5 0 mm

ガラスパイプの内径：1 0 mm～1 5 mm

ガラスパイプの長手方向長さ：1 5 0 0 mm

加熱手段の温度：1 1 0 0 °C

印加電圧：3 0 k V

電圧印加工程時間：3 0 時間

表面均一除去工程において除去されるガラスパイプの外周面からの深さ：1 . 5 mm

このような条件により高純度化処理を行ったガラスパイプ 1 1 は、有効部 1 1 a に含まれる不純物陽イオンの含有濃度を 0 . 0 1 0 重量 p p m 以下とすることができる。

（第 5 実施形態）

第6の高純度化装置500は、図14の概略縦断面図に示すように、長尺状の基台71と、ガラスパイプ11を囲繞できるように基台71の長手方向に沿って特定距離で配置された加熱手段25と、電源52とを有している。基台71は、長手方向が略鉛直方向となるように配置されており、加熱手段25の上方には、ガラスパイプ11の一端部を把持できる第1チャック36が第1支持台37を介して基台71に対して取付けられている。第1チャック36の内部には、ガラスパイプ11の端面と接触可能に第1電極65が設けられている。加熱手段25の下方には、ガラスパイプ11の他端部を把持できる第2チャック46が第2支持台47を介して基台71に対して取付けられている。第2チャック46の内部には、ガラスパイプ11の端面と接触可能に第2電極66が設けられている。

第1チャック36及び第2チャック46は、それぞれモータ（図示せず）を備えており、互いが同期して回転することによって、ガラスパイプ11がその中心軸を回転軸として回転できるように構成されている。

電源52は、通常、直流電源とされており、プラス極から出た導電線が第1電極65に接続している。一方、電源52のマイナス極から出た導電線は第2電極66に接続している。第1電極65及び第2電極66の素材としては、グラファイトや前掲の表面処理グラファイトなどを挙げることができる。

次に、第6の高純度化装置500を使用する本発明に係るガラスパイプの高純度化方法の第5実施形態について説明する。

まず、片端に中心軸が揃うようにダミーパイプ19が融着接続されたガラスパイプ11を用意する。

ガラスパイプ11のダミーパイプ19側の端部を第2チャック46にて把持し、他端部を第1チャック36にて把持する。ここで、ガラスパイプの第1端面11A（ダミーパイプとは反対側の端面）は第1電極65に対して、ガラスパイプの第2端面11B（ダミーパイプ側の端面）は第2電極66に対して、それぞれ接触している。また、ガラスパイプ11の長手方向長さは、ガラスパイプ11の略全域が、加熱手段25からの熱を受けて1300℃未満の温度に加熱され得る長さとなっている。

次いで、加熱手段 25 を作動させてガラスパイプ 11 を 1300℃未満の温度で加熱するとともに、電源 52 を作動させてガラスパイプ 11 に対して電圧を印加することにより、電圧印加工程を実施する。電圧は、通常、直流電圧であり、1 kV～50 kV の範囲とするのが好ましい。

ここでは、陽極である第 1 電極 65 と陰極である第 2 電極 66 とが、対向するようにガラスパイプ 11 の両端に配置されるとともに、ガラスパイプ 11 には、電圧勾配の方向がガラスパイプ 11 の中心軸の方向（長手方向）となる電圧が印加される。

また、電圧勾配は、ガラスパイプの第 1 端面 11A から第 2 端面 11B に向かう方向で負の勾配となっている。

これにより、ガラスパイプ 11 に含有されている不純物陽イオン C（リチウムイオン、ナトリウムイオン、カリウムイオン等のアルカリ金属イオンや銅イオンなど）は、図 14 の要部断面図である図 15（a）に示すように、ガラスパイプの第 2 端面 11B の方向に移動する。

そして、電圧印加工程を一定時間継続することによって、ガラスパイプ 11 の不純物陽イオン C を、図 15（b）に示すように、ダミーパイプ 19 にて偏在させることができる。

電圧印加工程の後には、必要に応じて、ガラスパイプの第 2 端面 11B から所定深さまでの領域を除去する端部除去工程を実施することができ、第 5 実施形態においては、ダミーパイプ 19 をガラスパイプ 11 から除去することによって容易に実施できる。これにより、ガラスパイプ 11 の高純度化をより確実に行うことができる。

第 5 実施形態のガラスパイプの高純度化方法における好適な実施条件を以下に示す。

ガラスパイプの外径：40 mm～75 mm

ガラスパイプの内径：28 mm～52.5 mm

ガラスパイプの長手方向長さ（ダミーパイプも含む）：1000 mm～1500 mm

ダミーパイプの長手方向長さ：50mm～100mm

電圧印加工程時間：20時間～30時間

第5実施形態においても、第3実施形態と同様に、ガラスパイプ11を、その中心軸を回転軸として1rpm以上100rpm以下の範囲内の回転速度で回転させながら実施するのが好ましい。より好ましくは、回転速度を1rpm以上20rpm以下とする。

以上に説明した第5実施形態によれば、第3実施形態と同等の効果を奏することができる。

(第6実施形態)

第7の高純度化装置600には、図16の概略縦断面図に示すように、第6の高純度化装置500が具備する加熱手段25に代えて、長手方向長さが短く設定された加熱手段26が設けられている。第6の高純度化装置500が具備する第1支持台37及び第2支持台47に代えて、それぞれ、第1支持台39及び第2支持台49を有している。第1支持台39及び第2支持台49はモータ（図示せず）を備えており、基台71に沿いながら、それぞれ所定速度で鉛直方向に移動可能に構成されている。なお、ガラスパイプ11の代わりに加熱手段を移動させてもよい。

次に、第7の高純度化装置600を使用する本発明の第6実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を、主として、第5実施形態との相違点を挙げることにより説明する。

第5実施形態と同様に、ガラスパイプ11の端部を第1チャック36及び第2チャック46にて把持する。ガラスパイプ11の長手方向長さは、加熱手段26の長手方向長さよりも十分に長く、ガラスパイプ11の一部領域が加熱手段26からの熱を受けて1300℃未満の温度に加熱され得る長さとなっている。

第6実施形態では、第1支持台39及び第2支持台49を基台71に沿って移動させて、ガラスパイプ11を加熱手段26に対して相対移動させることによって、1300℃未満の温度に加熱するとともに電圧を印加する電圧印加工程を、ガラスパイプ11の全域に対して実施できる。

第5実施形態と同様、ガラスパイプ11に含有されている不純物陽イオンは、ガラスパイプの第2端面11Bの方向に移動することから、先ず、第1チャック36と加熱手段26とを近傍に配置して、ガラスパイプ11の上端部に対して電圧印加工程を実施し、続いて、ガラスパイプ11と加熱手段26とを相対移動させることによって、ガラスパイプ11の下側の領域に向けて電圧印加工程を実施するのが好ましい。これにより、効率良く、ガラスパイプ11内の不純物陽イオンをダミーパイプ19にて偏在させることができる。

また、本実施形態においても、図6に示した冷却手段7を用いて、電圧を印加した後のガラスパイプ11を冷却すると良い。

第6実施形態においても、第3実施形態と同様に、ガラスパイプ11を、その中心軸を回転軸として1rpm以上100rpm以下の範囲内の回転速度で回転させながら実施するのが好ましい。より好ましくは、回転速度を5rpm以上20rpm以下とする。また、電圧印加工程の後に、必要に応じて、前記端部除去工程を実施することができ、第6実施形態においても、ダミーパイプ19をガラスパイプ11から除去することによって容易に実施できる。これにより、ガラスパイプ11の高純度化をより確実に行うことができる。

以上に説明した第6実施形態によれば、第3実施形態と同等の効果を奏することができる。

また、第5、第6実施形態において、ガラスパイプ11を用いる代わりに、円柱形状のガラスロッドを用いても良い。その場合、ガラスパイプ11を高純度化する場合と同様の装置及び方法によってガラスロッドの高純度化を行うことができるが、加熱温度の好ましい上限値は1450℃となる。

なお、本発明において用いるガラス体は、ガラス体の長手方向（中心軸方向）に電圧を印加する場合には有効部の長さが500mm未満であると良い。有効部の長さが500mm以上のガラス体に対して不純物陽イオンを長手方向に移動させようとした場合、その移動距離が長くなってしまいうことから、高純度化処理を行う時間が長くなってしまいうとともに、印加電圧を大きくする必要がある。印加電圧が大きくなりすぎる（例えば50kVを超える）と、ガラス体に印加する

前に放電してしまうおそれがある。

これに対して、ガラス体の略径方向に電圧を印加する場合には、有効部の長さが500mm以上であっても構わない。したがって、有効部の長さが長いガラス体に対しては、ガラス体の略径方向に電圧を印加する方が効率的に高純度化を実施することができる。

また、このような方法で高純度化された外径100mm以上の高純度ガラス体は、比較的大型のガラス体である。また、ガラス体の有効部における不純物陽イオンの含有濃度が、0.01重量ppm以下となるように高純度化を行うと良い。例えば、各不純物陽イオン（リチウムイオン、ナトリウムイオン、カリウムイオン等のアルカリ金属イオンや銅イオンなど）の含有濃度が、それぞれ10重量ppb以下であることが好ましい。

このような高精度かつ大型の高純度ガラス体を光ファイバの母材として用いると、伝送特性が良好で、高品質な光ファイバを効率的に製造することができる。

以下、ガラスパイプの高純度化方法として採用し得る態様について簡潔に述べる。

- ① ガラスパイプを1000℃以上1300℃未満の範囲内の温度に加熱しながら前記ガラスパイプに対して電圧を印加する電圧印加工程を有する、ガラスパイプの高純度化方法。
- ② 前記ガラスパイプを、その中心軸を回転軸として1rpm以上100rpm以下の範囲内の回転速度で回転させながら前記電圧印加工程を行う、前記①に記載のガラスパイプの高純度化方法。
- ③ 前記電圧の電圧勾配の方向を、前記ガラスパイプの略径方向とする前記①または前記②に記載のガラスパイプの高純度化方法。
- ④ 前記電圧勾配を、前記ガラスパイプの内周面側から外周面側に向けて負の勾配とするとともに、前記電圧印加工程に次いで、前記ガラスパイプの外周面から所定深さまでの領域を除去する表面均一除去工程を有する、前記③に記載のガラスパイプの高純度化方法。
- ⑤ 前記電圧勾配を、前記ガラスパイプの外周面側から内周面側に向けて負の勾

配とするとともに前記電圧印加工程に次いで、前記ガラスパイプの内周面から所定深さまでの領域を除去する表面均一除去工程を有する、前記③に記載のガラスパイプの高純度化方法。

⑥ 前記電圧の電圧勾配の方向を、前記ガラスパイプの中心軸の方向とする前記①または前記②に記載のガラスパイプの高純度化方法。

⑦ 前記電圧勾配を、前記ガラスパイプの第1端面から第2端面に向かう方向で負の勾配とするとともに、前記ガラスパイプの第2端面から所定深さまでの領域を除去する端部除去工程を有する、前記⑥に記載のガラスパイプの高純度化方法。

(実施例1)

前記第4の高純度化装置300に準ずる高純度化装置を使用して第3実施形態に係るガラスパイプの高純度化を以下の条件で行う。

ガラスパイプの外径：150mm

ガラスパイプの内径：105mm

ガラスパイプの長手方向長さ：1500mm

上記ガラスパイプの組成は、不純物陽イオン（リチウムイオン，ナトリウムイオン，カリウムイオン及び銅イオンの総和）を0.1重量ppmで含有するSiO₂である。

ここで、不純物陽イオンの濃度は、ガラスパイプ全体に対する不純物陽イオンの含有量を意味し、以下においても同様とする。

また、上記ガラスパイプの長手方向の外径の変形を超音波測定器で測定し、標準偏差（以下、この標準偏差をガラスパイプ径標準偏差ともいう）を算出したところ、0.1mmである。

内側ガス：アルゴン，－0.5kPa・gage

外側ガス：アルゴン，10リットル／分，1kPa・gage

加熱温度：1100℃

電圧：40kVの直流電圧

電圧印加工程時間：30時間

ガラスパイプの回転速度：30 rpm

表面均一除去工程（化学エッチング）において除去されるガラスパイプの外周面からの深さ：0.24 mm

（実施例 2）

加熱温度を1280℃とする以外は、実施例1と同様にガラスパイプの高純度化方法を行う。

（比較例 1）

加熱温度を1320℃とする以外は、実施例1と同様にガラスパイプの高純度化方法を行う。

実施例及び比較例の高純度化方法を施した後におけるガラスパイプの結果を表に示す。

表 2

	加熱温度 (℃)	不純物陽イオンの濃度 (重量・ppm)	ガラスパイプ径 標準偏差 (mm)
実施例 1	1100	0.02	0.1
実施例 2	1280	<0.01	0.3
比較例 1	1320	<0.01	0.8

表2に示すように、加熱温度が1300℃未満とされた実施例の高純度化方法によれば、不純物陽イオンが減少し、かつ、ガラスパイプ径標準偏差はほとんど変化しない。すなわち、ガラスパイプの変形が高次元で抑制されつつ、高純度化が実施される。実施例の高純度化方法により高次元されたガラスパイプは、そのままの状態、例えば光ファイバ用としての形状精度及び純度を満足する。

一方、比較例1は、ガラスパイプ径標準偏差が増大する。これは、ガラスパイプの変形を意味し、そのままの状態では、例えば光ファイバ用としての形状精度を満足しない。

ところで、以上説明したガラス体の高純度化方法を適宜利用しつつ、ガラス体

の穿孔（拡径を含む）を行って高純度のガラス管を製造することができる。

次に、高純度化処理を伴う、本発明に係るガラス管の製造方法及び製造装置の実施の形態の例を、図 1 7 から図 2 4 に基づいて説明する。

（第 7 実施形態）

この第 7 実施形態では、穿孔治具をガラス体に接触させる際に、発熱体と穿孔治具とを電極として利用し、ガラス管の内周側及び外周側に電圧を印加して、漸次成形してゆくガラス管の径方向に電圧勾配を発生させる態様について説明する。なお、ガラス管の径方向とは、ガラス管の長手方向の軸に対して垂直な方向を指す。

図 1 7 に示すように、本実施形態に用いられるガラス管の製造装置 1 0 1 は、所謂ピアシング法によってガラス管を製造するものであり、ガラスロッド 1 0 3 を加熱する加熱炉 1 4 0 と、加熱炉 1 4 0 の入口側に配置された入口側基台 1 1 0 と、加熱炉 1 4 0 の出口側に配置された出口側基台 1 2 0 とが設けられている。

また、孔あけされるガラスロッド 1 0 3 の一端には、ガラス製のダミーパイプ 1 0 4 が接続されている。

入口側基台 1 1 0 の上には、所望の速度で図中左右方向にスライド移動することが可能な第 1 送り支持台 1 1 1 が備えられている。この第 1 送り支持台 1 1 1 は、ガラスロッド 1 0 3 の穿孔終了端側を第 1 チャック 1 1 2 により把持して、さらに、ガラスロッド 1 0 3 をその長手方向の軸を中心に回転させることが可能なように構成されている。

また、出口側基台 1 2 0 の上には、第 1 送り支持台 1 1 1 と同様に図中左右方向にスライド移動が可能な第 2 送り支持台 1 2 1 が備えられている。第 2 送り支持台 1 2 1 の移動速度は、第 1 送り支持台 1 1 1 の移動速度に対応して適宜制御される。この第 2 送り支持台 1 2 1 は、ガラスロッド 1 0 3 の穿孔開始端側に接続されたダミーパイプ 1 0 4 の一端を第 2 チャック 1 2 2 により把持して、ガラスロッド 1 0 3 をその長手方向の軸を中心に回転させることが可能なように構成されている。また、その回転は、第 1 送り支持台 1 1 1 の第 1 チャック 1 1 2 の

回転に同期させるように制御可能である。また、第1チャック112の回転速度と第2チャック122の回転速度を異ならせることも可能である。第1チャック112及び第2チャック122の回転速度は、1rpm～100rpm程度が好ましい。

さらに、出口側基台120の上には、穿孔治具130を固定するための固定部材135が設けられている。穿孔治具130は、支持ロッド132と、支持ロッド132の先端に設けられた駒131を備えており、固定部材135に対して支持ロッド132が固定されている。また、支持ロッド132は、駒131と同一の中心軸を有し、さらにガラスロッド103と中心軸を一致させるように支持される。

駒131は、ガラスロッド103の軟化温度で使用可能であって、ガラスロッド103と化学反応することのない材料から形成されている。好適には、駒131は黒鉛（グラファイト）によって形成されている。黒鉛は、ガラスが軟化する高温時においても安定性に優れているとともに、高い導電性を有している。

また、一般的な黒鉛に含まれる不純物の含有率は400ppm程度であるが、本実施形態の駒131には、高純度の黒鉛を用いることが好ましい。より好ましくは、不純物の含有量を1ppm以下とする。これにより、駒131をガラスロッド103に接触させて圧入する際に、駒131からガラスロッド103に対して不純物が混入しにくくなる。

さらに、駒131は、少なくともガラスに接触する部分が、炭化ケイ素（SiC）、熱分解炭素（PyC）、金属炭化物のいずれかを含有するように表面処理されていると良い。なお、金属炭化物は、例えばニオブカーバイド（NbC）、タンタルカーバイド（TaC）、チタンカーバイド（TiC）、ジルコンカーバイド（ZrC）を好適な材質として例示できる。

表面処理の方法として、例えば駒131の表面に上記の炭化ケイ素等の被膜層を形成しておくことで、強度や耐磨耗性を向上させることができ、高温状態における酸化も防止できる。さらに、このような表面処理は駒131の表面を高純度に維持できるとともに、駒131の内部からガラスロッド103への

不純物の拡散も防止することができる。

また、本実施形態の加熱炉 140 は、高周波誘電加熱方式の炉であり、コイル 142 に交流電流を流すことで発熱体 141 が発熱する。発熱体 141 は、ガラスロッド 103 と駒 131 の当接部周辺を覆う円筒形状の黒鉛である。この発熱体 141 がガラスの軟化点以上の温度に発熱することによって、ガラスロッド 103 を加熱して軟化させる。

なお、VAD 法等により作成された純度の高いガラス体の場合、軟化点は 1700℃ 程度である。

次に、漸次成形するガラス管の内周側及び外周側に電圧を印加するための構成について述べる。

図 18 に示すように、発熱体 141 及び駒 131 は、それぞれ正または負に分極した電位の電極となるように構成されている。すなわち、発熱体 141 及び駒 131 には、直流電源が接続されている。

このような構成により、駒 131 は、穿孔したガラス管 106 との接触によって、ガラス管 106 の内周側に電圧を印加することができる。また、発熱体 141 は、ガラス管 106 の外周側に電圧を印加することができる。好ましくは、空間 143 内に連通したガス供給手段（図示せず）を設けて、空間 143 内にガスを供給すると良い。このガスにより、非接触状態にある発熱体 141 とガラス管 106 との間の導電性を向上させて、ガラス管 106 に効率良く電圧を印加することができる。

また、ガスとしては、アルゴン等の希ガスや窒素ガスを用いることができる。さらに、イオン化したガスを用いることが好ましい。

本実施形態においてガラス管を製造する際には、図 17 及び図 18 に示すように、加熱炉 140 の内部に送られたガラスロッド 103 を、発熱体 141 を発熱させることにより加熱して軟化させ、その軟化した領域に穿孔治具 130 の駒 131 を接触させて圧入することで、ガラスロッド 103 を漸次穿孔し、ガラス管 106 を成形してゆく。そして、ガラスロッド 103 に駒 131 を圧入する際に、漸次成形されるガラス管 106 に対して、発熱体 141 及び駒 131 から電圧

を印加する。このとき、発熱体 1 4 1 と駒 1 3 1 の電位が異なる極となるように設定する。これにより、ガラス管 1 0 6 の径方向に電圧勾配を発生させることができる。

例えば、図 1 8 に示すように、発熱体 1 4 1 を陰極として、駒 1 3 1 を陽極とする。この場合に発生する電圧勾配は、ガラス管 1 0 6 の内周側から外周側に向かって、電位がプラスからマイナスに変化する負の勾配となる。

ガラス体 1 0 3 の製造時に混入した不純物や、駒 1 3 1 から混入した不純物は、リチウムイオン、ナトリウムイオン、カリウムイオン等のアルカリ金属イオンや、カルシウムイオン等のアルカリ土類金属イオン、銅イオンなどの陽イオンが主体である。したがって、軟化しているガラス管 1 0 6 の径方向に発生した電圧勾配により、不純物は陰極側に位置するガラス管 1 0 6 の外周部分に移動する。

このように、ガラス管 1 0 6 内に混入していた不純物を外周部分に移動させることにより、外周部分以外の高純度化を図ることができる。

なお、不純物の移動は、ガラスが軟化して粘度が低いほど起こりやすい。本発明においては、ピアシングとほぼ同時に高純度化処理を行うため、穿孔時のガラス管 1 0 6 は、例えば 1 8 0 0℃程度に加熱されている。そのため、不純物を効率良く移動させることができ、高純度化処理を効果的に行うことができる。

また、ガラス管 1 0 6 内に局在させた不純物は、研削加工等の機械的手段や、フッ酸を使用したエッチング処理等の化学的手段を用いることによって、ガラス管 1 0 6 の外周部分を所望の深さまで除去し、適宜取り除くことができる。

また、ガラス管 1 0 6 に発生させる電圧勾配の大きさにより、ガラス管 1 0 6 の外周部分に局在させた不純物を外周面から外方へ拡散させることも可能である。

。

また、図 1 8 に示した態様では、発熱体 1 4 1 とガラス管 1 0 6 との間に空間 1 4 3 を設け、電極である発熱体 1 4 1 とガラス管 1 0 6 とが非接触状態であるが、これらを接触させても良い。すなわち、図 1 9 に示すように、穿孔されたガラス管 1 0 6 の外周面が発熱体 1 4 1 の内周面に接触するように、発熱体 1 4 1 の内径を設定する。このような構成により、穿孔されつつ外径が大きくなったガ

ラス管 106 に対して、ガスを用いなくとも、外周側と内周側の両方から直接に電圧を印加することができ、高純度化を効果的に行うことができる。さらに、ガス供給手段を設ける必要もない。

また、発熱体 141 の内径を、得ようとするガラス管 106 の外径と同じ寸法に設定しておくこと、ガラス管 106 の外径を所望の大きさに成形することができる。

また、この場合には、発熱体 141 に駒 131 と同様の表面処理を施しておくこと、ガラス管 106 に対して不純物を混入させてしまうことを防止できる。

なお、本実施形態では、不純物をガラス管の外周側に局在させる態様について述べたが、内周側に局在させることもできる。すなわち、発熱体 141 を陽極として、駒 131 を陰極とする。この場合に発生する電圧勾配は、ガラス管 106 の外周側から内周側に向かって、電位がプラスからマイナスに変化する負の勾配となる。

駒 131 を陰極とした場合には、陽イオンである不純物が駒 131 内に留まりやすくなる。そのため、駒 131 からガラス管 106 に不純物が混入することを防止できる。そして、ガラス管 106 内に混入していた不純物を、ガラス管 106 の内周部分に局在させるとともに、駒 131 に吸収させることができる。

このように、内周部分に不純物を局在させた場合も、必要に応じてガラス管 106 の内周部分を所望の深さまで除去し、ガラス管 106 から不純物を取り除くことができる。

また、不純物を吸収させた駒 131 は、再生化処理を行うことが好ましい。例えば、加熱空間を塩素ガスの雰囲気とした加熱炉を用いて駒 131 を加熱して、駒 131 内に含まれた陽イオンの不純物を塩素ガス中に拡散させることで、再生化することができる。

以上、発熱体と穿孔治具とを電極として利用する態様について述べたが、本発明においては、電極として他の部材を用いることも可能である。以下にその態様について説明する。

(第 8 実施形態)

この第 8 実施形態では、穿孔治具に設けた電極用部材を電極として利用する態様について説明する。

本実施形態で用いられるガラス管の製造装置の構成は、図 17 に示したガラス管の製造装置 101 とほぼ同様である。本実施形態の要部について、図 20 を参照して説明する。

図 20 に示すように、本実施形態にて使用する穿孔治具 130a は、駒 131 の後方（図中右方）の近傍位置に、電極となる電極用部材 133 が設けられている。この電極用部材 133 は、支持ロッド 132 に固定された円筒状の形状をなし、その外径は、駒 131 とほぼ同等である。また、電極用部材 133 の材質は、上述した駒 131 と同様であり、好ましくは駒 131 と同様の表面処理が施されている。

本実施形態では、駒 131 に直流電源を接続する代わりに、この電極用部材 133 に直流電源が接続されている。したがって、電極用部材 133 は、穿孔したガラス管 106 との接触によって、ガラス管 106 の内周側に電圧を印加することができる。

このように構成された電極用部材 133 は、電極としての機能を有するとともに、軟化しているガラス管 106 の内径を維持するように作用する。また、電極用部材 133 の表面に、炭化ケイ素等の被膜層を形成しておけば、ガラス管 106 に不純物を混入させることもない。

ガラスロッド 103 に駒 131 を圧入する際には、漸次成形されるガラス管 106 に対して、発熱体 141 及び電極用部材 133 から電圧を印加する。このとき、発熱体 141 と電極用部材 133 の電位が異なる極となるように設定する。これにより、ガラス管 106 の径方向に電圧勾配を発生させることができる。

図 20 に示すように、発熱体 141 を陰極として、電極用部材 133 を陽極とすると、ガラス管 106 の内周側から外周側に向かって、電位がプラスからマイナスに変化する負の電圧勾配が発生する。この場合、ガラス管 106 の外周部分に不純物が局在する。

また、図 20 とは逆に、発熱体 141 を陽極として、電極用部材 133 を陰極

とすることもできる。この場合、ガラス管 106 の内周部分に不純物が局在する。

ここで、電極用部材 133 を陰極とした際に、駒 131 にも電圧が印加されて陰極として作用することがある。その場合、不純物が駒 131 に吸収されてしまう。そのため、駒 131 を非導電性の材質で構成すると良い。または、電極用部材 133 と駒 131 との間に位置する支持ロッド 132 の一部分を、非導電性の材質で構成しても良い。非導電性の材料は、チッ化ホウ素、ジルコニア、セラミックス等を用いることができる。

これにより、不純物を電極用部材 133 のみで吸収させることができるため、駒 131 を不純物により汚染させることがない。汚染された電極用部材 133 は、支持ロッド 132 から外して、新たな部材と交換するか、再生化处理すると良い。これにより、メンテナンスを容易に行うことができる。

また、本実施形態においては、電極用部材 133 の外径を駒 131 より小さくして、ガラス管 106 の内周面と電極用部材 133 とを離反させるように構成することもできる。その場合、上述したようなガスをガラス管 106 内に供給すると良い。

また、第 7 実施形態と同様に、本実施形態においても、図 19 に示したように発熱体 141 をガラス管 106 に接触させても良い。

(第 9 実施形態)

この第 9 実施形態では、加熱炉内に設けた炉心管を電極として利用する態様について説明する。

図 21 に示すように、本実施形態で用いられる加熱炉 140a は、発熱体 141 の内周側の空間に、円筒状の炉心管 144 が設けられている。この炉心管 144 と成形されるガラス管 106 との間には、空間 145 が設けられている。また、炉心管 144 の材質はカーボン等を用いることができる。

本実施形態では、発熱体 141 に直流電源を接続する代わりに、この炉心管 144 に直流電源が接続されている。したがって、炉心管 144 は、ガラス管 106 の外周側に電圧を印加することができる。また、電圧を印加する際に空間 14

5内にガスを供給すると良い。

このような構成により、炉心管144及び駒131を電極として利用し、ガラス管106の径方向に電圧勾配を発生させることができる。

したがって、第7実施形態の場合と同じく、成形するガラス管106を高純度化することができる。また、炉心管144が汚染された場合には、その炉心管144を交換または再生化処理することによってメンテナンスを行うことが容易である。

(第10実施形態)

この第10実施形態では、加熱炉内に設けたダイスを電極として利用する態様について説明する。

図22に示すように、本実施形態で用いられる加熱炉140bは、発熱体141の内周に、ダイス146が設けられている。このダイス146は、上述した駒131と同様に、ガラス管106に不純物を混入させないように構成された黒鉛からなっている。本実施形態では、発熱体141の代わりに、ダイス146に直流電源が接続されている。したがって、ダイス146及び駒131を電極として利用し、ガラス管106の径方向に電圧勾配を発生させることができる。

このとき、ダイス146と駒131は、ガラス管106と接触した状態にあるため、上記の実施形態のようにガスを用いなくとも、ガラス管106に対して効率的に電圧を作用させることができる。また、ガス供給手段を設ける必要もない。

また、ダイス146を設けたことにより、駒131によってガラスロッド103を穿孔しながら、ガラス管106の外径を所望の大きさに成形することができる。

したがって、ガラス管106を精度良く成形するとともに、効率的に高純度化することができる。

(第11実施形態)

この第11実施形態では、ガラス管の外周面の外側に設けた少なくとも一対の電極からガラス管に電圧を印加する態様について説明する。

図 2 3 に示すように、本実施形態で用いられるガラス管の製造装置は、加熱炉 1 4 0 の内側に、ガラス管 1 0 6 の外周を挟むように対向して配置された一対の電極 1, 2 が設けられている。これら電極 1, 2 は、上述した高純度化方法で説明した電極 1, 2 と同様の材質で形成されており、ガラス管 1 0 6 に接触する面が、ガラス管 1 0 6 の外周面と同様の曲率で湾曲した形状となっている。本実施形態において、電極は、例えば図 2 から図 5 を参照して説明した第 1 実施形態または第 2 実施形態と同様の態様で用いられる。すなわち、ガラス管を製造しつつ、その内部に含まれた不純物を外周の一部分に偏在化させて、高純度化を行うことができる。

(第 1 2 実施形態)

この第 1 2 実施形態では、ガラス体の長手方向の第 1 端面及び第 2 端面に接触して配置された電極からガラス体に電圧を印加する態様について説明する。

図 2 4 に示すように、本実施形態で用いられるガラス管の製造装置 1 0 1 a は、第 5 実施形態で説明した第 6 の高純度化装置 5 0 0 (図 1 4 参照) と同様に、ガラスロッド 1 0 3 とダミーパイプ 1 0 4 からなるガラス体の長手方向の両端面の外側に、電極 6 5, 6 6 が設けられている。これら電極 6 5, 6 6 は、第 5 実施形態の場合とほぼ同様の構成であり、使用方法も第 5 実施形態の場合と同様である。すなわち、穿孔治具 1 3 0 によって穿孔を行う際に、ガラス管 1 0 6 の長手方向に電圧を印加して、長手方向の電圧勾配を発生させる。これにより、陰極側に不純物を偏在させて、ガラス管 1 0 6 の製造とともに高純度化を行うことができる。

また、上記の全ての実施形態において、電極は、ガラス体（もしくはガラス管）に対して接触させても、させなくても良い。電極を接触させた場合には、ガスを用いる必要がなく、また、陰極が接触した部分の少なくとも縁部を除去すると良い。電極を接触させない場合には、陰極が配置された側、すなわち、電圧勾配が低くされた側の、少なくとも縁部を除去すれば良い。また、上記の第 7 ～ 第 1 2 実施形態において、電極に印加する電圧等、高純度化処理の方法及び装置は、上述した第 1 ～ 第 6 実施形態に記載した方法及び装置の構成を適宜用いることが

できる。

なお、上述した第7～第12実施形態では、円柱状のガラス体であるガラスロッドに孔あけを行う態様について説明したが、本発明のガラス管の製造方法は、円筒状のガラス体であるガラスパイプの孔の内径を拡張する場合についても、同様に採用することができる。

また、加熱炉として、誘導加熱方式の炉を一例として挙げたが、抵抗加熱方式の炉を用いても良い。

本発明を詳細にまた特定の実施態様を参照して説明したが、本発明の主旨と範囲を逸脱することなく様々な変更や修正を加えることができることは当業者にとって明らかである。

本出願は、2002年8月12日出願の日本特許出願（特願2002-235274）、2002年8月12日出願の日本特許出願（特願2002-234563）、及び2003年6月11日出願の日本特許出願（特願2003-166430）に基づくものであり、その内容はここに参照として取り込まれる。

<産業上の利用可能性>

以上の説明から明らかなように、本発明によれば、ガラス体の変形を高次元で抑制しつつ高純度化を実施できるガラス体の高純度化方法及び高純度ガラス体、さらには高純度のガラス管を得ることのできるガラス管の製造方法及び装置を提供することができる。

請 求 の 範 囲

1. 円柱形状または円筒形状のガラス体の長手方向の少なくとも一部分に対して、外周面の外側に配置された少なくとも一対の電極から、前記ガラス体の略径方向に電圧を印加するガラス体の高純度化方法。

2. 前記電極は、前記ガラス体の円周方向に、陽極と陰極とをそれぞれ複数配置し、各前記陽極及び各前記陰極の電位をそれぞれ設定する請求の範囲第1項に記載のガラス体の高純度化方法。

3. 前記ガラス体と、前記電極とを、前記ガラス体の円周方向に相対的に揺動させる請求の範囲第1項または第2項に記載のガラス体の高純度化方法。

4. 前記電圧を印加した後に、前記ガラス体の外周面から所定深さまでの領域を除去する表面除去工程を有する請求の範囲第1項から第3項の何れか1項に記載のガラス体の高純度化方法。

5. 円筒形状のガラス体を、その中心軸を回転軸として1 r p m以上1 0 0 r p m以下の範囲内の回転速度で回転させながら、前記ガラス体の長手方向の少なくとも一部分に対して、前記ガラス体の外周面側と内周面側とに配置された電極から、前記ガラス体の略径方向に電圧を印加するガラス体の高純度化方法。

6. 前記円筒形状のガラス体を、その中心軸を回転軸として1 r p m以上2 0 r p m以下の範囲内の回転速度で回転させながら、前記電圧を印加する請求の範囲第5項に記載のガラス体の高純度化方法。

7. 前記電圧の電圧勾配を、前記ガラス体の内周面側から外周面側に向けて負の勾配とするとともに、前記電圧を印加した後に、前記ガラス体の外周面から所定深さまでの領域を除去する表面除去工程を有する請求の範囲第5項または第6項に記載のガラス体の高純度化方法。

8. 前記電圧の電圧勾配を、前記ガラス体の外周面側から内周面側に向けて負の勾配とするとともに、前記電圧を印加した後に、前記ガラス体の内周面から所定深さまでの領域を除去する表面除去工程を有する請求の範囲第5項または第6項に記載のガラス体の高純度化方法。

9. 前記ガラス体の有効部の長手方向全体に対して、同時に電圧を印加する、請求の範囲第1項から第8項の何れか1項に記載のガラス体の高純度化方法。

10. 前記ガラス体に対して、長手方向に順次前記電圧を印加する、請求の範囲第1項から第8項の何れか1項に記載のガラス体の高純度化方法。

11. 前記ガラス体に対して、長手方向に順次前記電圧を印加しつつ、前記電圧を印加した箇所を順次冷却する請求の範囲第10項に記載のガラス体の高純度化方法。

12. 前記ガラス体の有効部の長手方向の長さが500mm以上である請求の範囲第1項から第11項の何れか1項に記載のガラス体の高純度化方法。

13. 円柱形状または円筒形状のガラス体の長手方向の第1端面及び第2端面の外側に配置された電極から、前記ガラス体の長手方向に電圧を印加するガラス体の高純度化方法。

14. 前記電圧の電圧勾配を、前記ガラス体の第1端面から第2端面に向かう方向で負の勾配とするとともに、前記電圧を印加した後に、前記ガラス体の第2端面から所定深さまでの領域を除去する端部除去工程を有する請求の範囲第13項に記載のガラス体の高純度化方法。

15. 前記ガラス体の有効部の長手方向の長さが500mm未満である請求の範囲第13項または第14項に記載のガラス体の高純度化方法。

16. 前記電極を前記ガラス体に接触させずに、電圧を印加する請求の範囲第1項から第15項の何れか1項に記載のガラス体の高純度化方法。

17. 前記電極の少なくとも一部を前記ガラス体に接触させた状態で、電圧を印加する請求の範囲第1項から第15項の何れか1項に記載のガラス体の高純度化方法。

18. 前記円柱形状の前記ガラス体の、前記電圧を印加する部分を、1450℃未満の温度になるように加熱して、前記電圧を印加する請求の範囲第1項から第4項、第13項から第15項の何れか1項に記載のガラス体の高純度化方法。

19. 前記ガラス体の前記電圧を印加する部分を、1300℃未満の温度になるように加熱して、前記電圧を印加する請求の範囲第1項から第17項の何れか1項に記載のガラス体の高純度化方法。

20. 前記ガラス体の前記電圧を印加する部分を、450℃以上の温度になるように加熱して、前記電圧を印加する請求の範囲第18項または第19項に記載のガラス体の高純度化方法。

21. 前記ガラス体の前記電圧を印加する部分を、600℃以上の温度になるように加熱して、前記電圧を印加する請求の範囲第18項または第19項に記載のガラス体の高純度化方法。

22. 前記ガラス体の前記電圧を印加する部分を、900℃以上の温度になるように加熱して、前記電圧を印加する請求の範囲第18項または第19項に記載のガラス体の高純度化方法。

23. 前記ガラス体の有効部に含まれる不純物陽イオンの含有濃度を0.01重量ppm以下にする、請求の範囲第1項から第22項の何れか1項に記載のガラス体の高純度化方法。

24. 請求の範囲第1項から第12項の何れか1項に記載のガラス体の高純度化方法により高純度化処理を施した、外径100mm以上かつ有効部の長手方向の長さが500mm以上である高純度ガラス体。

25. 請求の範囲第13項から第15項に記載のガラス体の高純度化方法により高純度化処理を施した、外径100mm以上かつ有効部の長手方向の長さが500mm未満である高純度ガラス体。

26. 前記ガラス体の有効部における、不純物陽イオンの含有濃度が、0.01重量ppm以下である請求の範囲第24項または第25項に記載の高純度ガラス体。

27. 円柱形状または円筒形状のガラス体を加熱して軟化させ、前記ガラス体の前記軟化した領域に穿孔治具を接触させることで、前記ガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造方法において、

前記穿孔治具を前記ガラス体に接触させる際に、前記ガラス体の外周面の外側

に設けた少なくとも一対の電極から前記ガラス管に電圧を印加して、前記ガラス管の略径方向に電圧勾配を発生させるガラス管の製造方法。

28. 円柱形状または円筒形状のガラス体を加熱して軟化させ、前記ガラス体の前記軟化した領域に穿孔治具を接触させることで、前記ガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造方法において、

前記穿孔治具を前記ガラス体に接触させる際に、前記穿孔治具と前記ガラス体の外周側、または、前記ガラス管の内周側と外周側に電圧を印加して、前記ガラス体または前記ガラス管の径方向に電圧勾配を発生させるガラス管の製造方法。

29. 円柱形状または円筒形状のガラス体を加熱して軟化させ、前記ガラス体の前記軟化した領域に穿孔治具を接触させることで、前記ガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造方法において、

前記穿孔治具を前記ガラス体に接触させる際に、前記ガラス体の長手方向の第1端面及び第2端面の外側に配置された電極から、前記ガラス体に電圧を印加して、前記ガラス管の長手方向に電圧勾配を発生させるガラス管の製造方法。

30. 前記ガラス管の成形の後、前記ガラス管における前記電圧勾配が低くされた側の少なくとも縁部を除去する、請求の範囲第27項から第29項の何れか1項に記載のガラス管の製造方法。

31. 円柱形状または円筒形状のガラス体の周囲に配置された発熱体と、前記発熱体により加熱された前記ガラス体に接触させる穿孔治具とを備え、前記接触により前記ガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造装置において、

前記ガラス体の外周面の外側に少なくとも一対の電極を備えているガラス管の製造装置。

32. 円柱形状または円筒形状のガラス体の周囲に配置された発熱体と、前記発熱体により加熱された前記ガラス体に接触させる穿孔治具とを備え、前記接触により前記ガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造装置において、

前記穿孔治具が電極であるとともに前記ガラス体の外周側に電極を備えている

か、または、前記ガラス管の内周側と外周側に電極を備えているガラス管の製造装置。

33. 円柱形状または円筒形状のガラス体の周囲に配置された発熱体と、前記発熱体により加熱された前記ガラス体に接触させる穿孔治具とを備え、前記接触により前記ガラス体を漸次ガラス管に成形するガラス管の製造装置において

、
前記ガラス体の長手方向の両端面の外側に少なくとも一対の電極を備えているガラス管の製造装置。

34. 前記穿孔治具は、少なくとも前記ガラス体に接触する部分が、炭化ケイ素、熱分解炭素、金属炭化物のいずれかを含有するように表面処理されている、請求の範囲第31項から第33項の何れか1項に記載のガラス管の製造装置

。

图 1

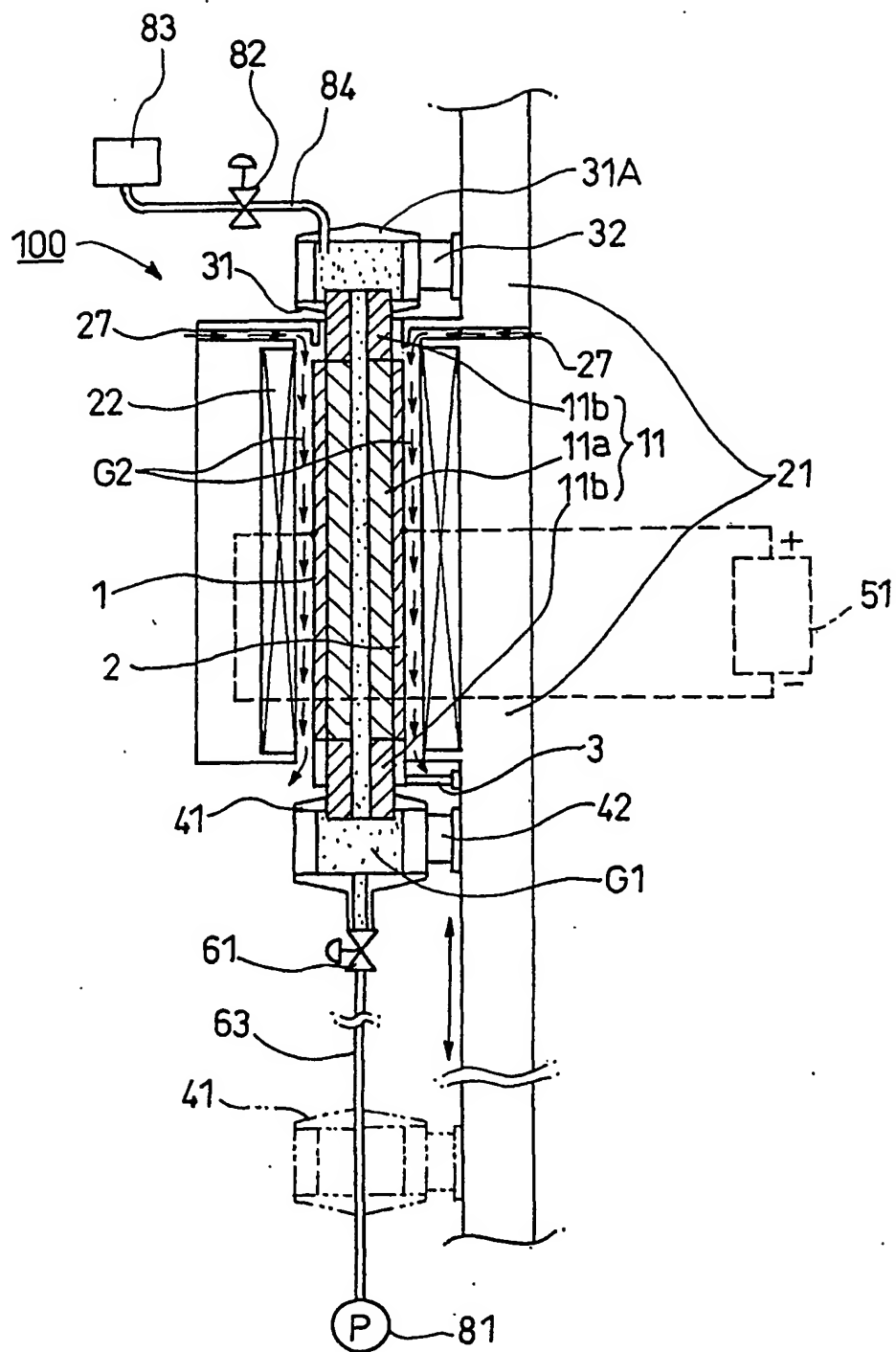
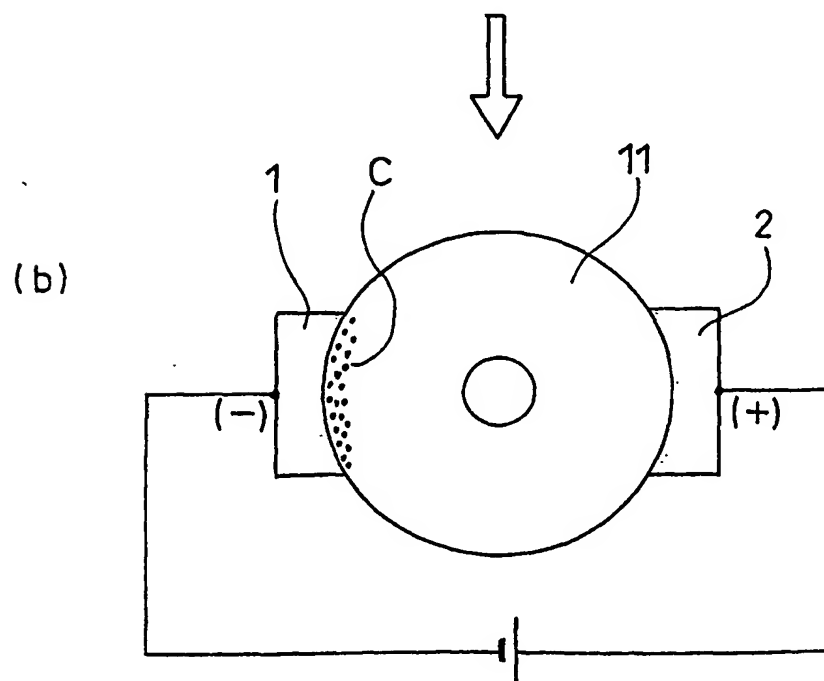
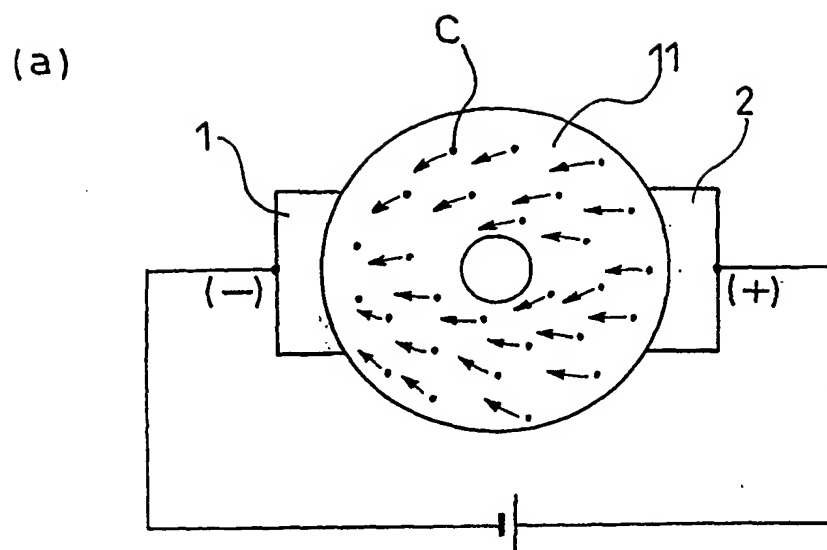


図 2



☒ 3

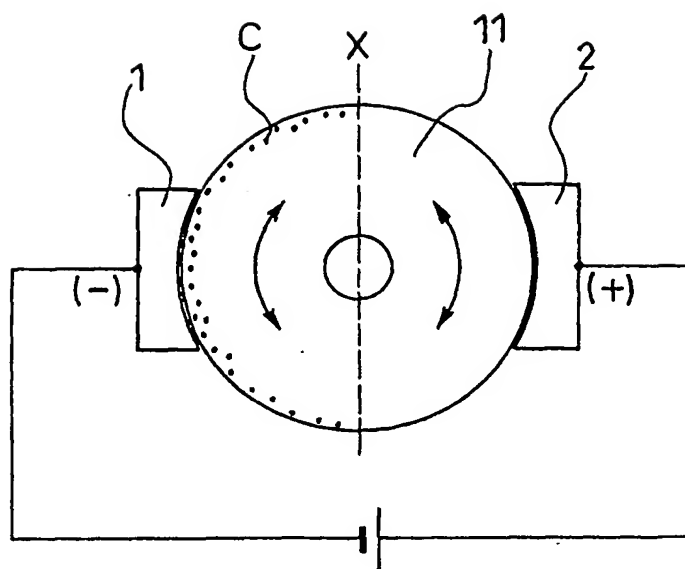


図 4

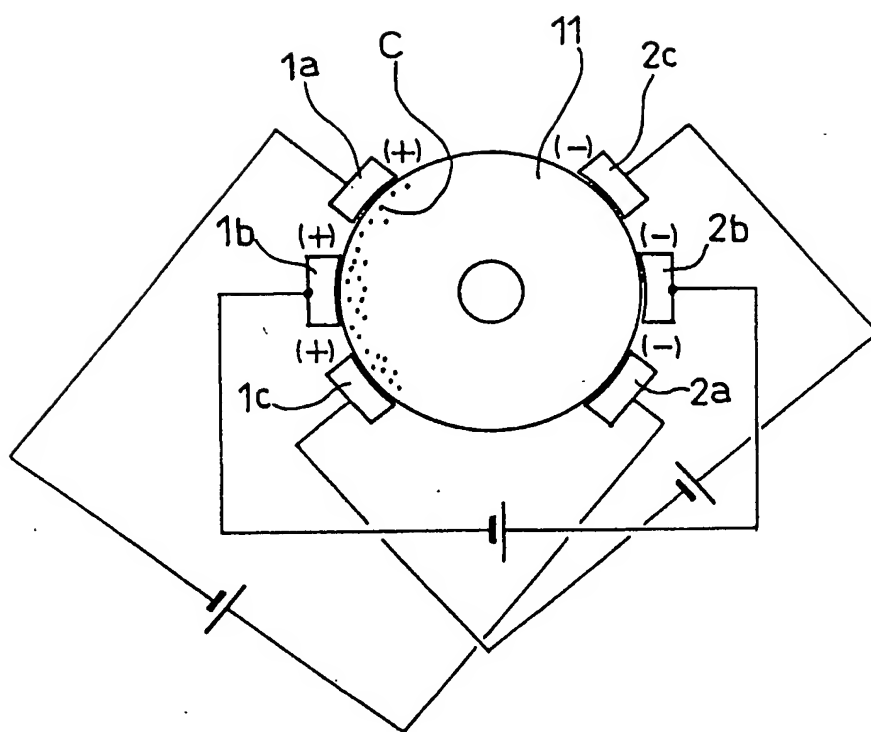


図 5

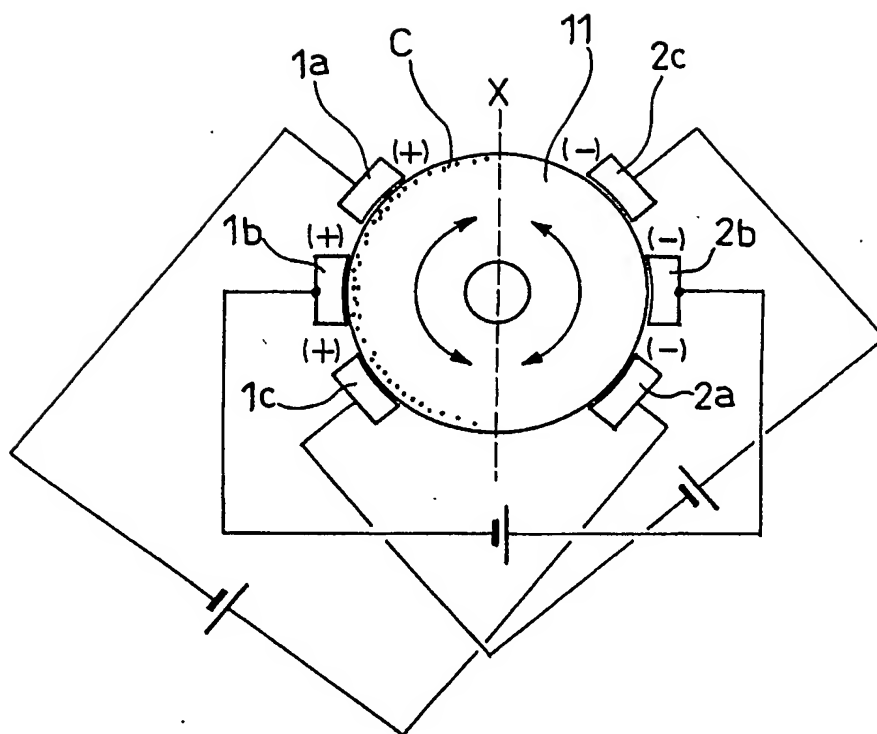
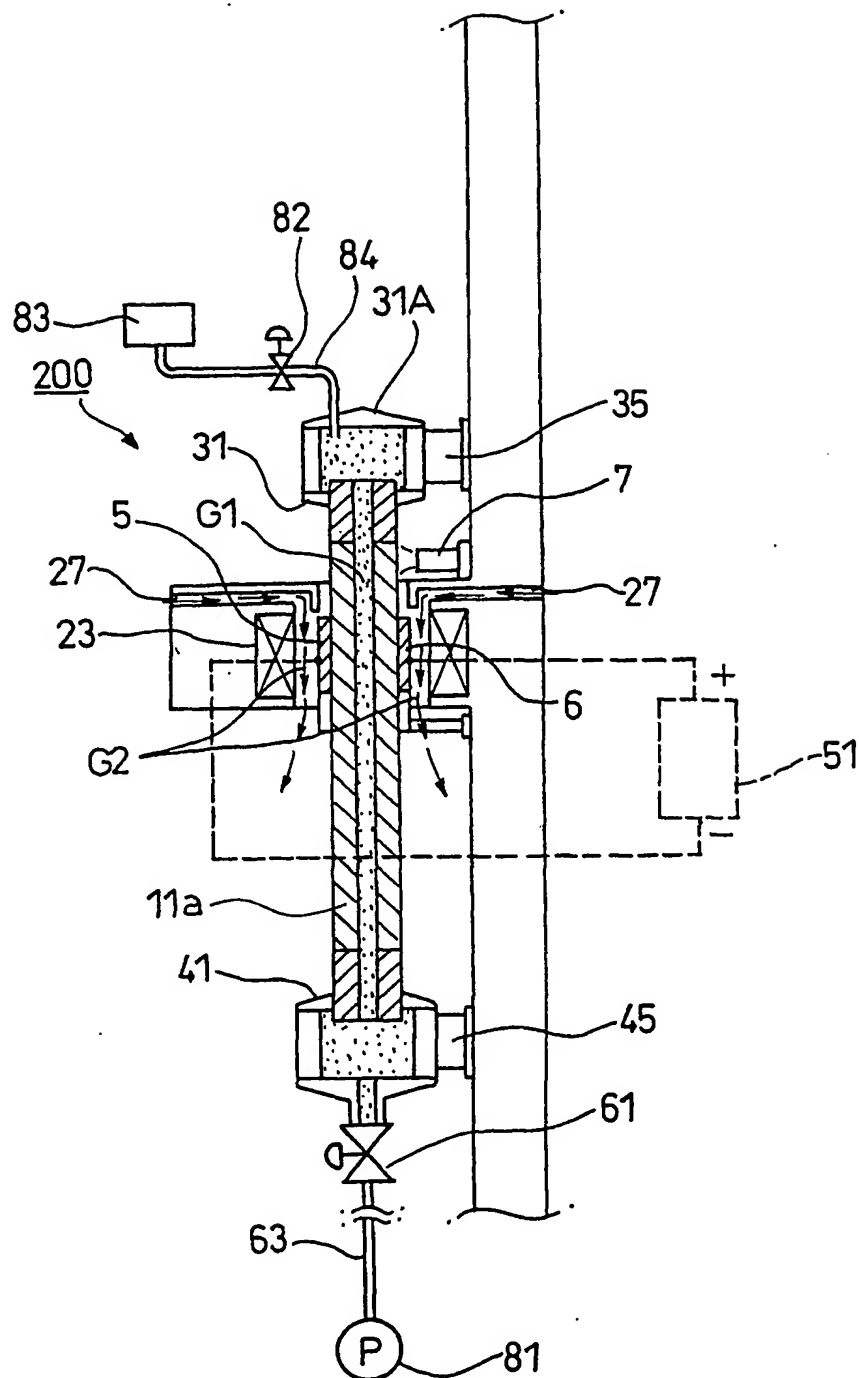


図 6



☒ 7

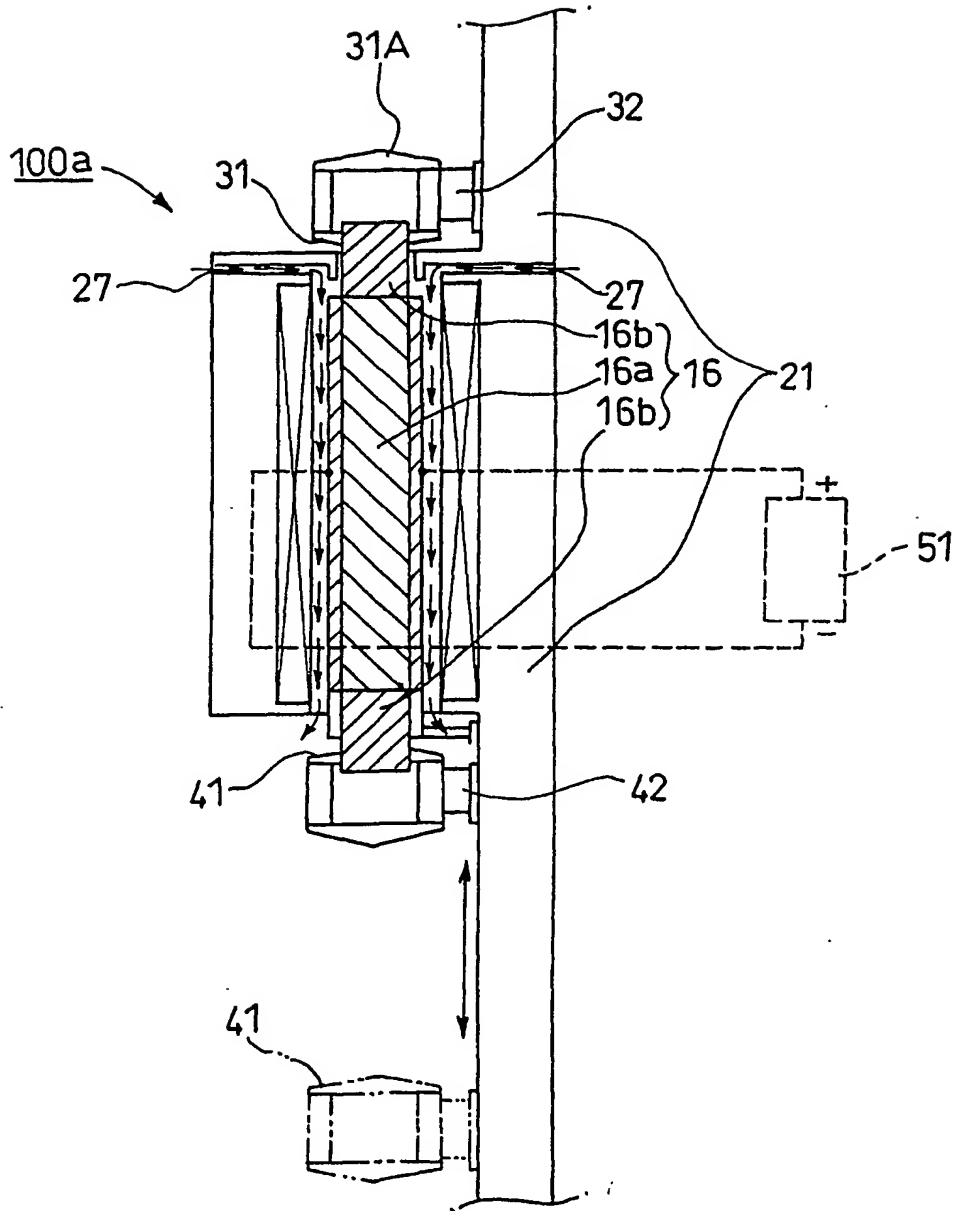
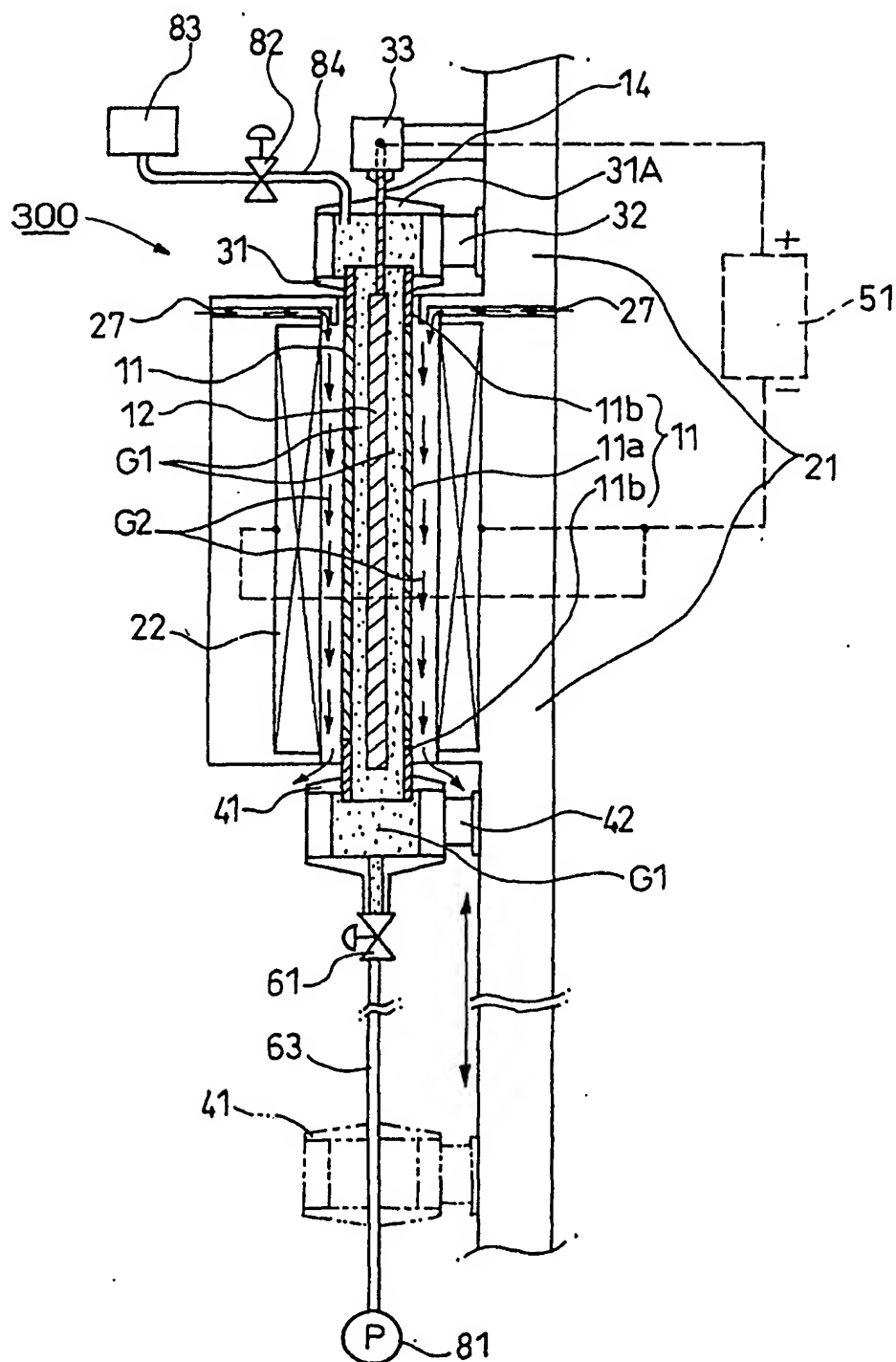
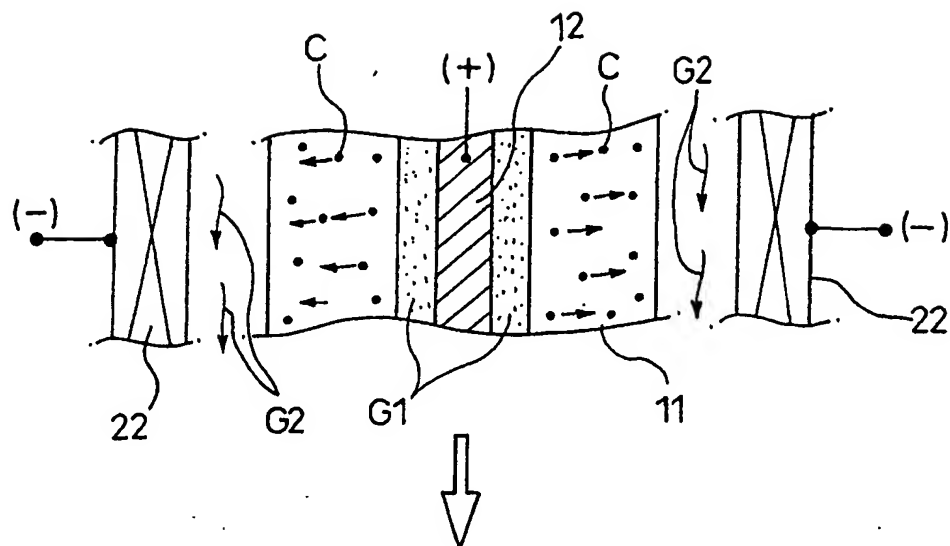


図 8

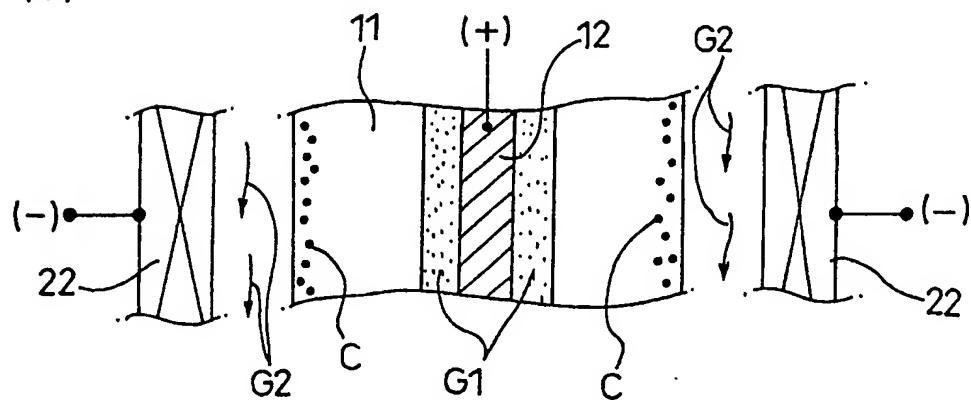


9

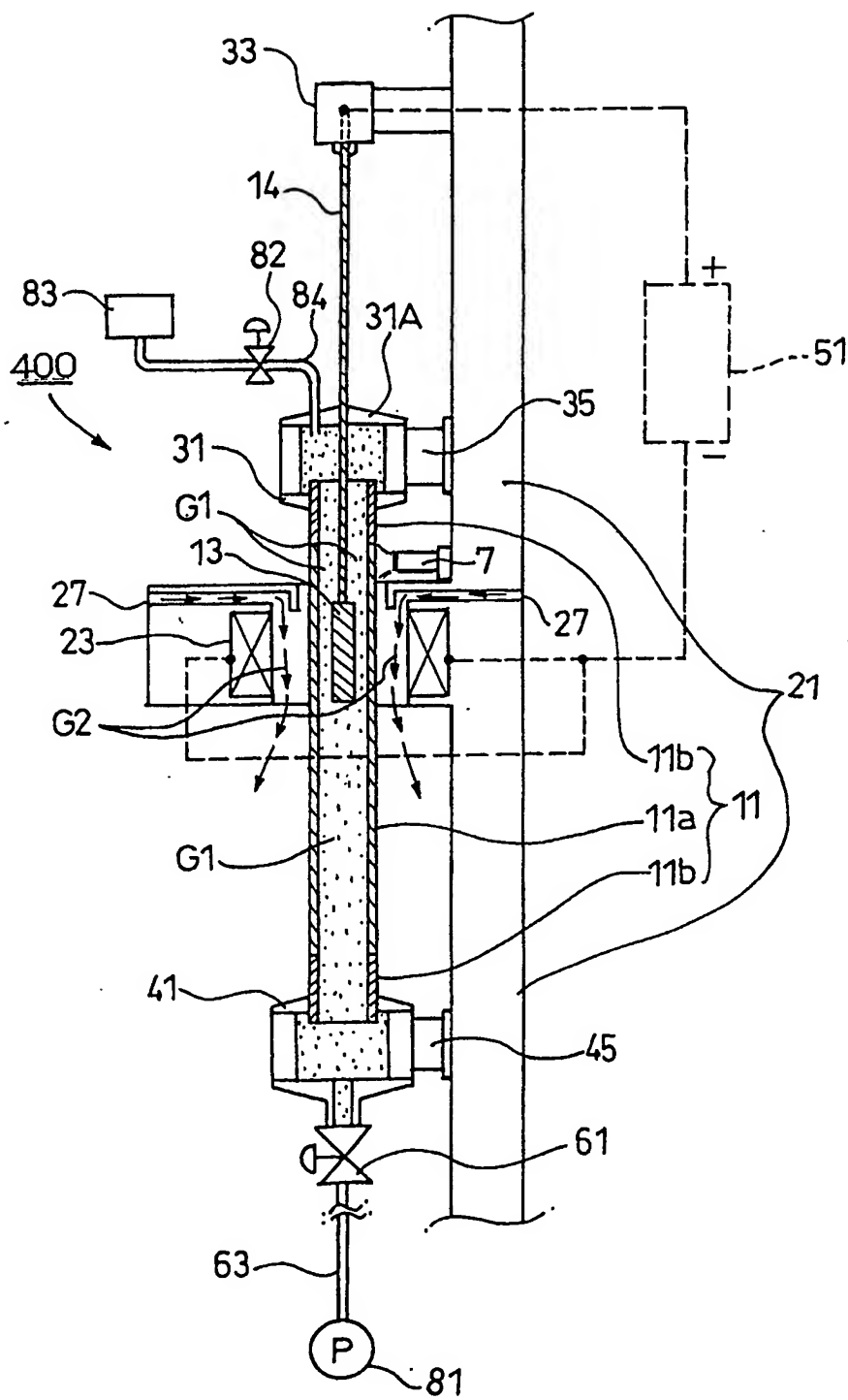
(a)



(b)



10



11

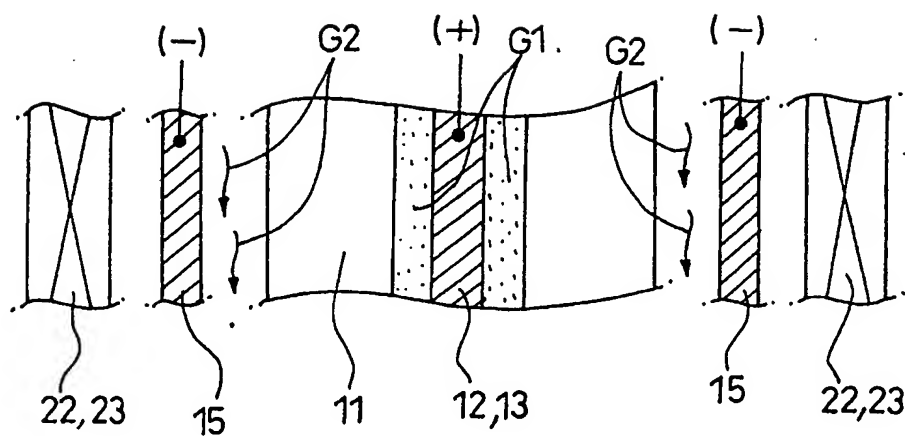


図 12

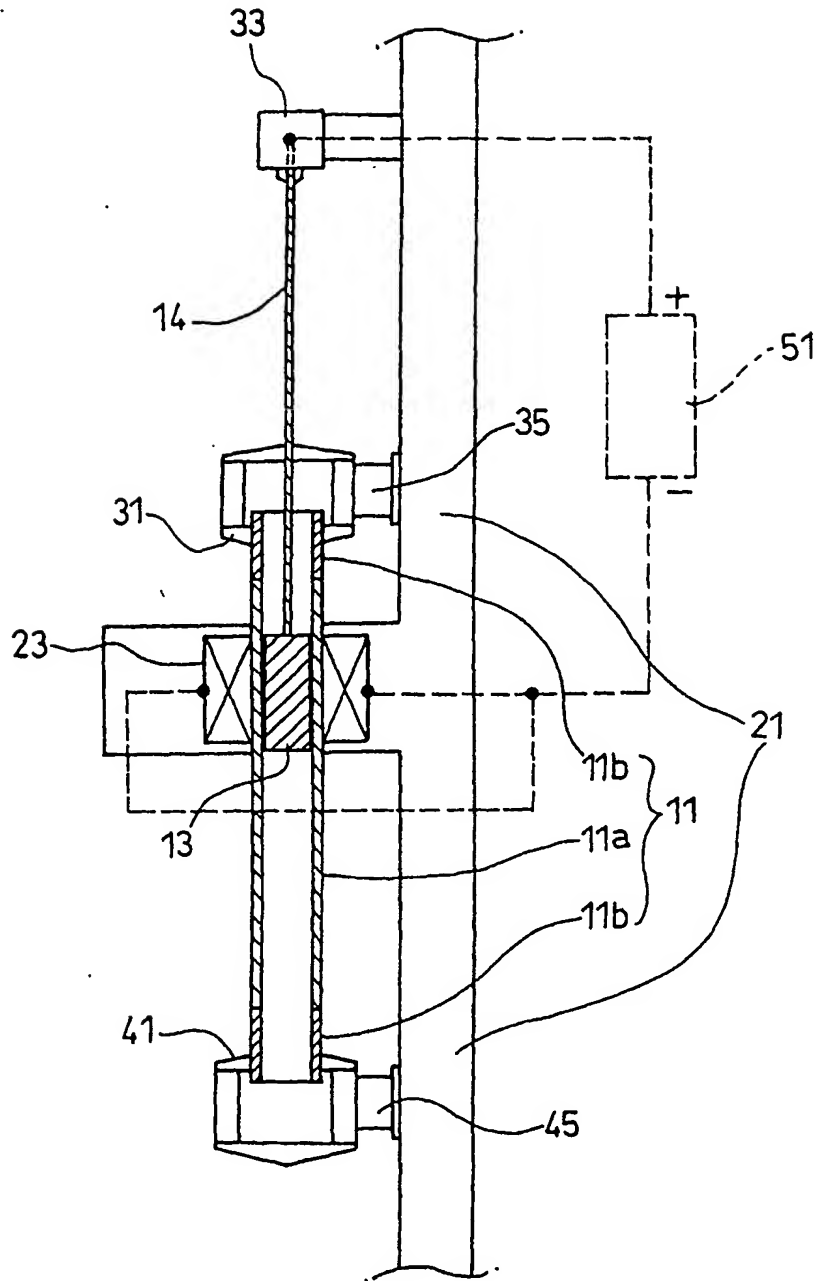


図 13

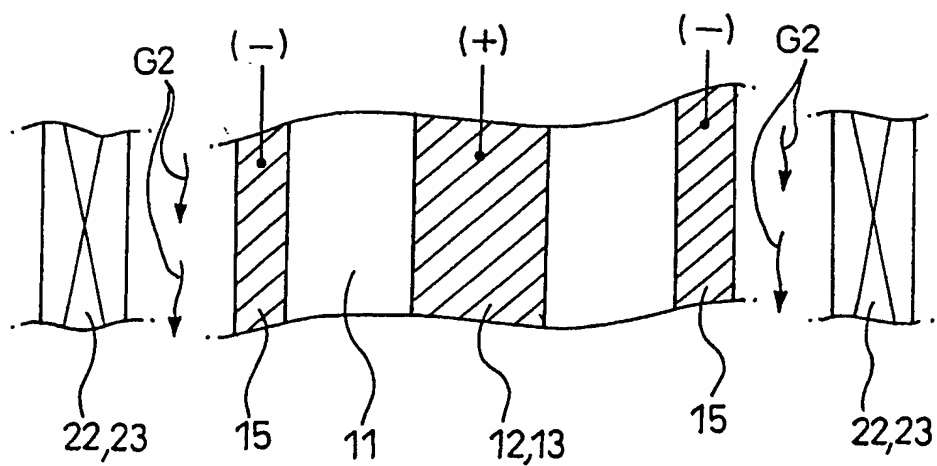


図 14

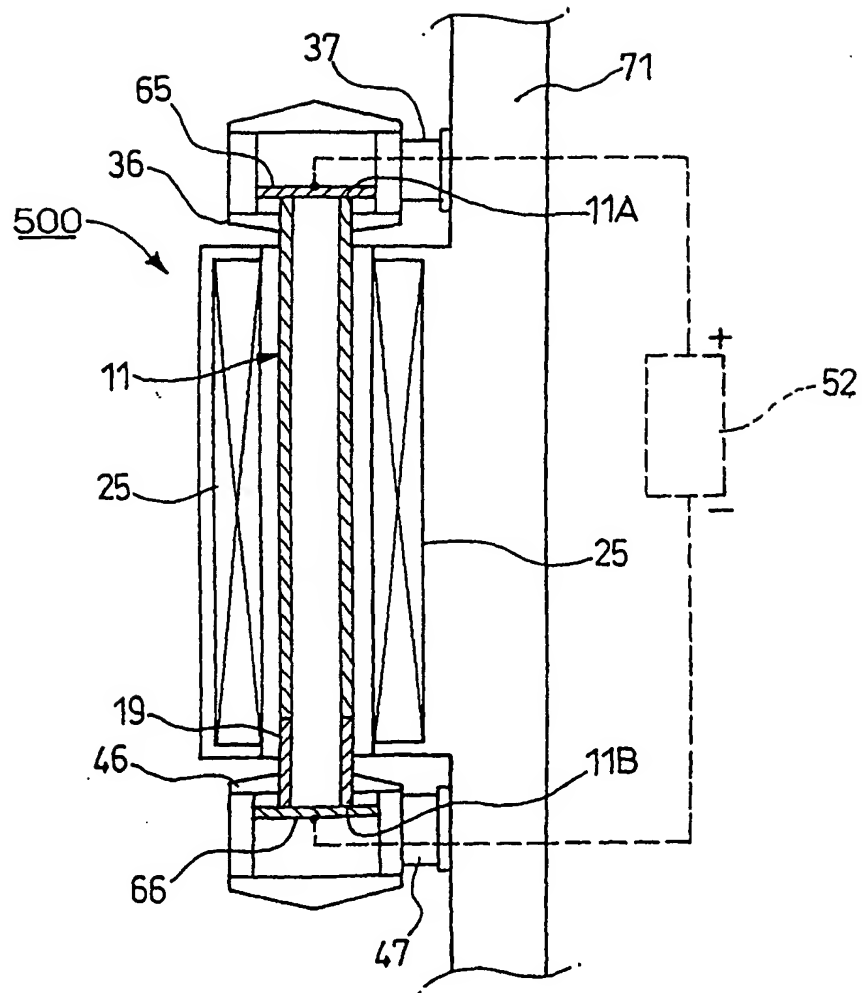


図 15

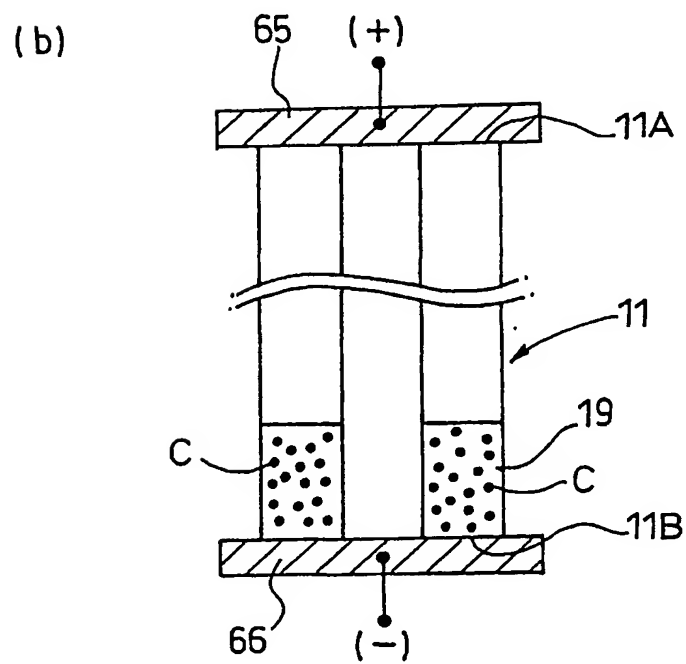
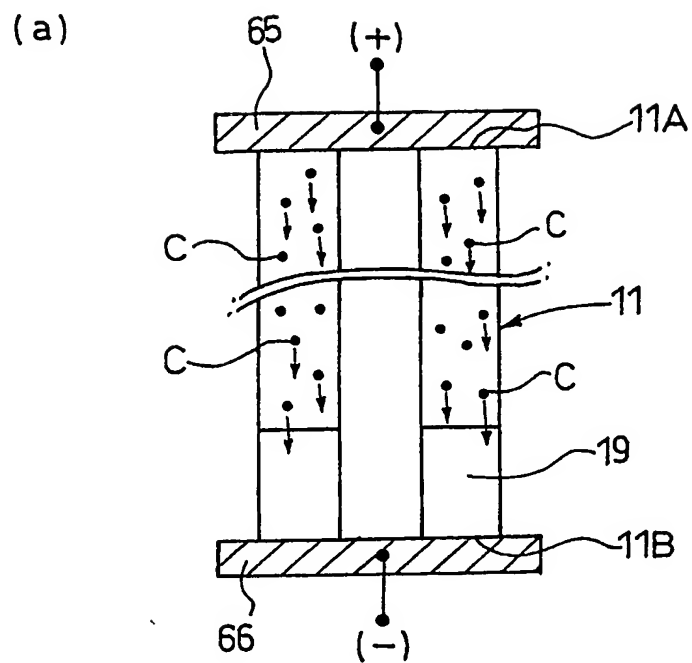
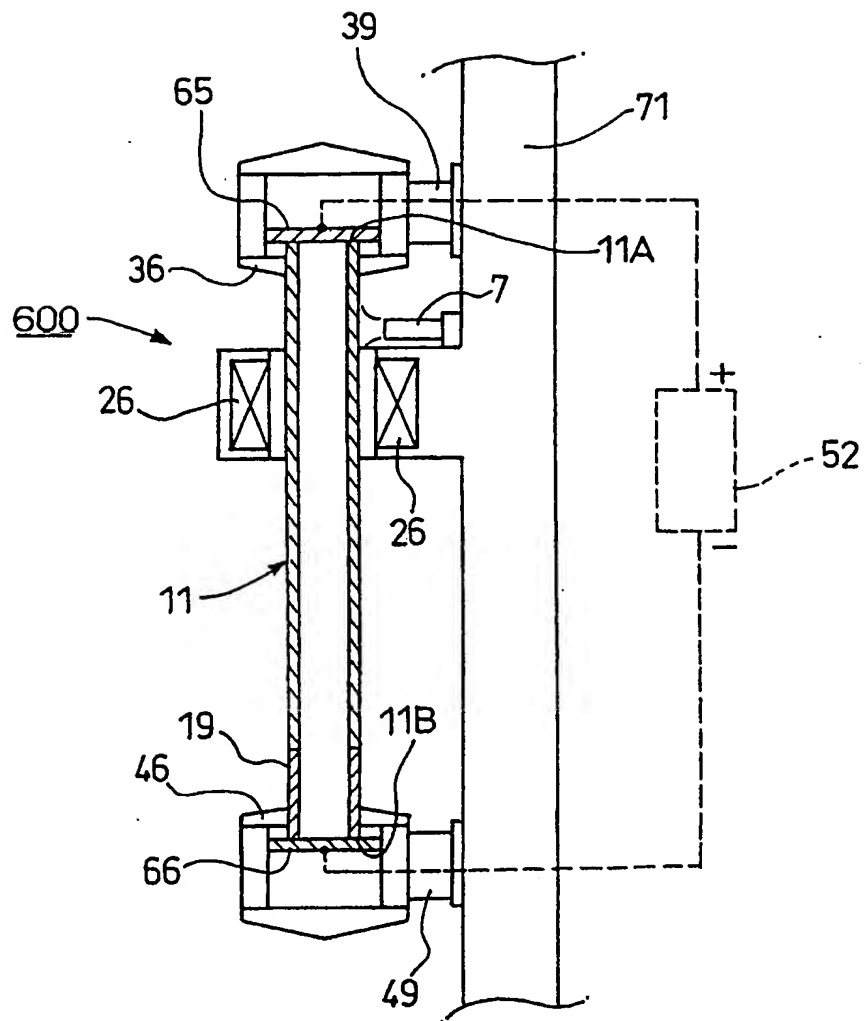
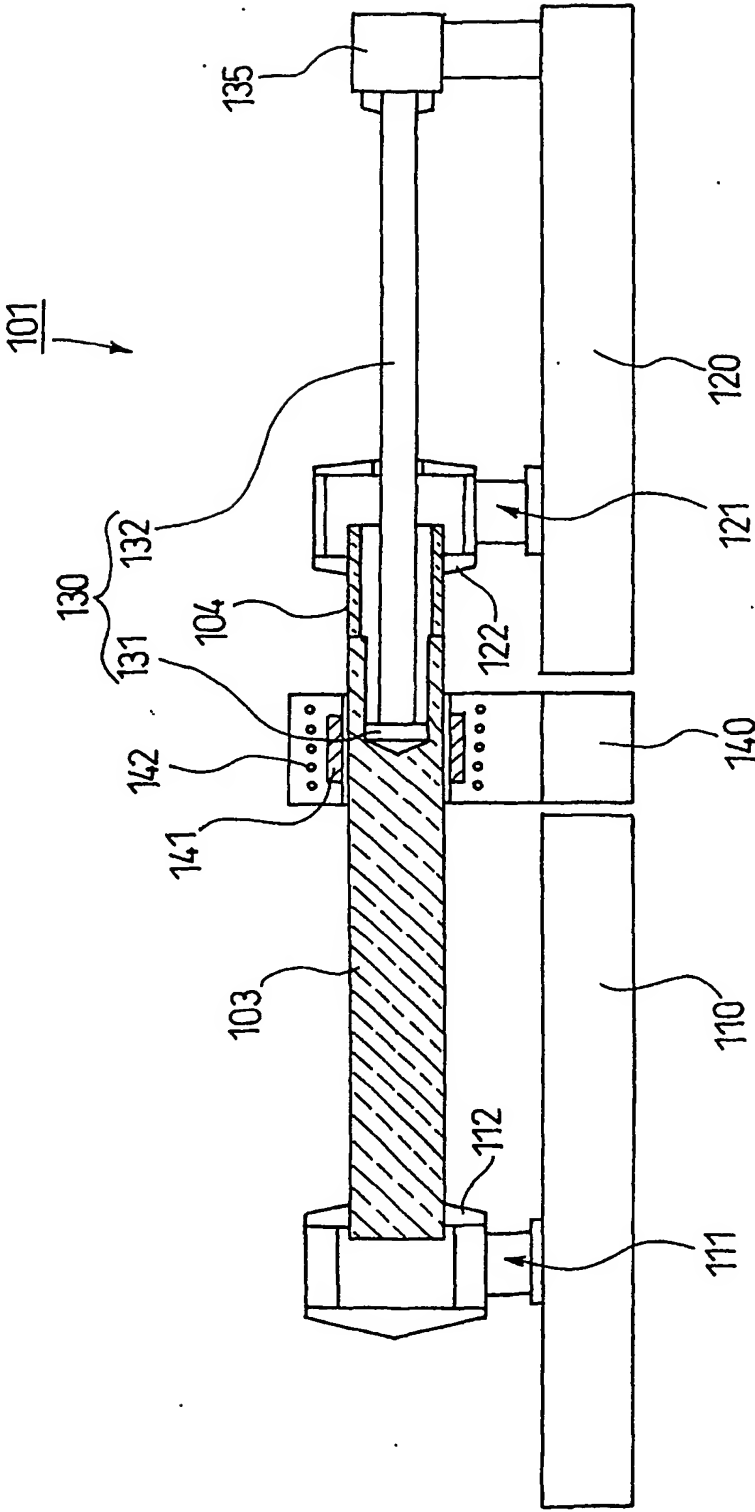


図 16



17



18

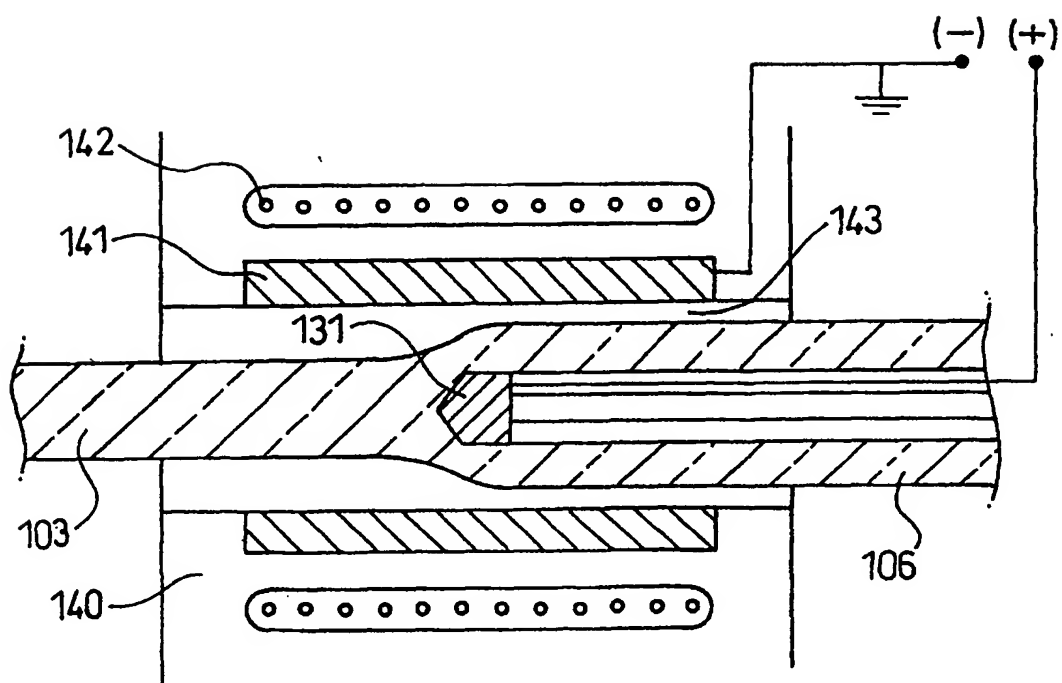


図 19

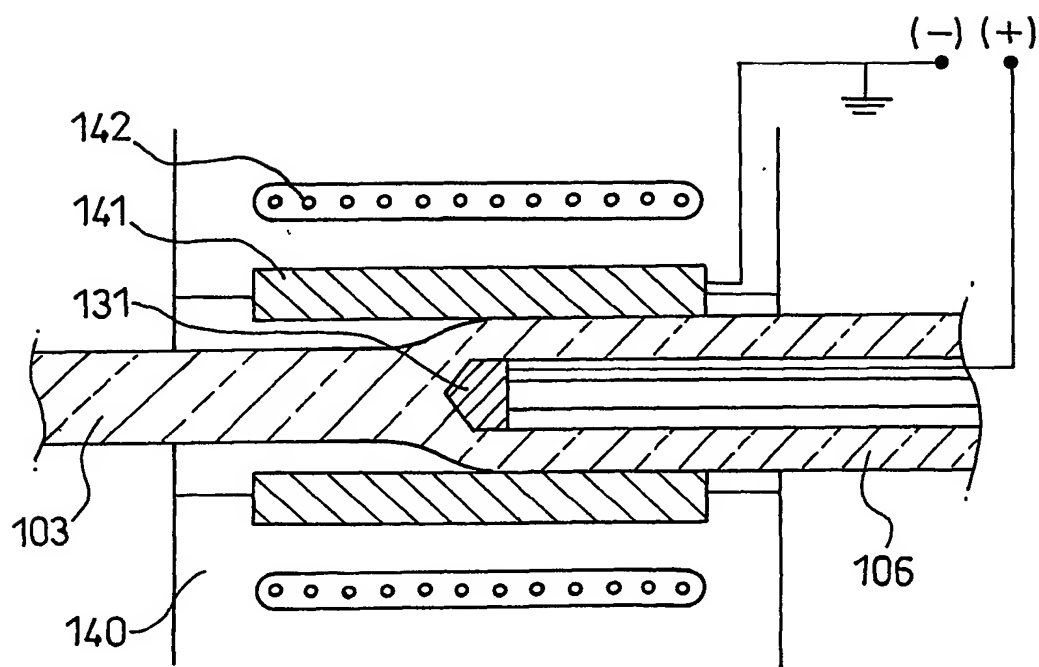
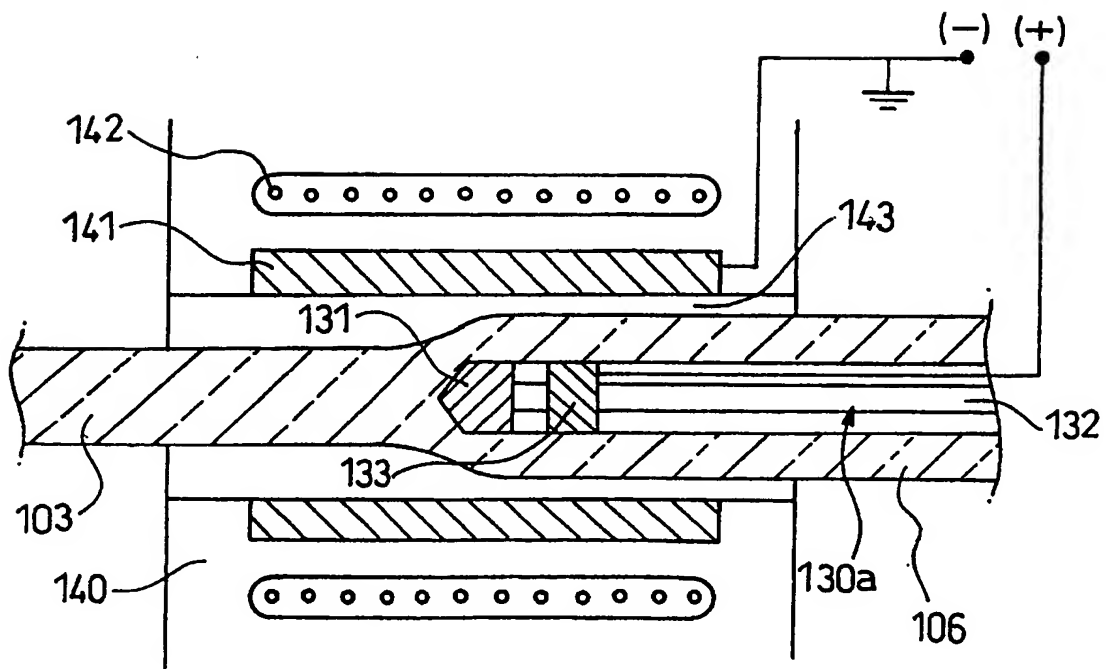
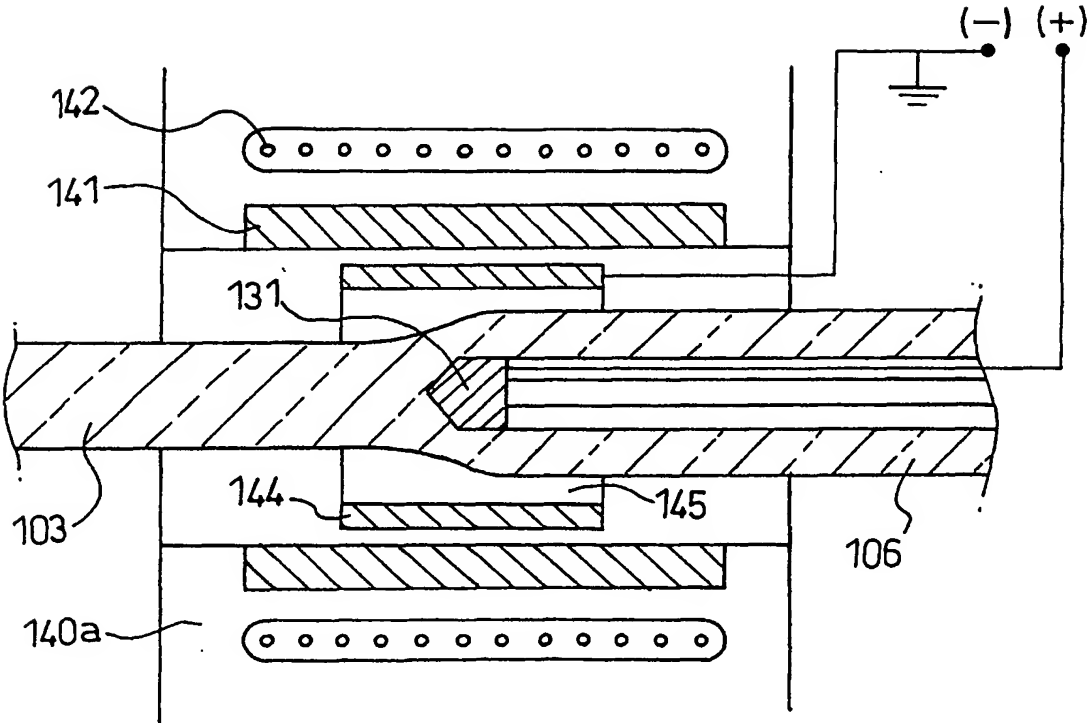


図 20



21



22

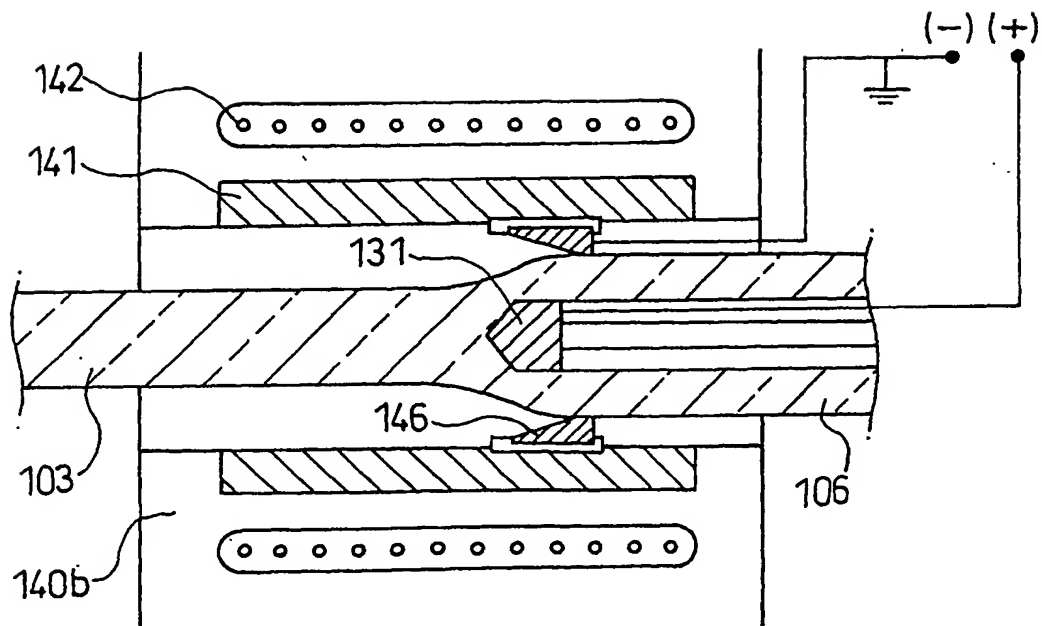


図 23

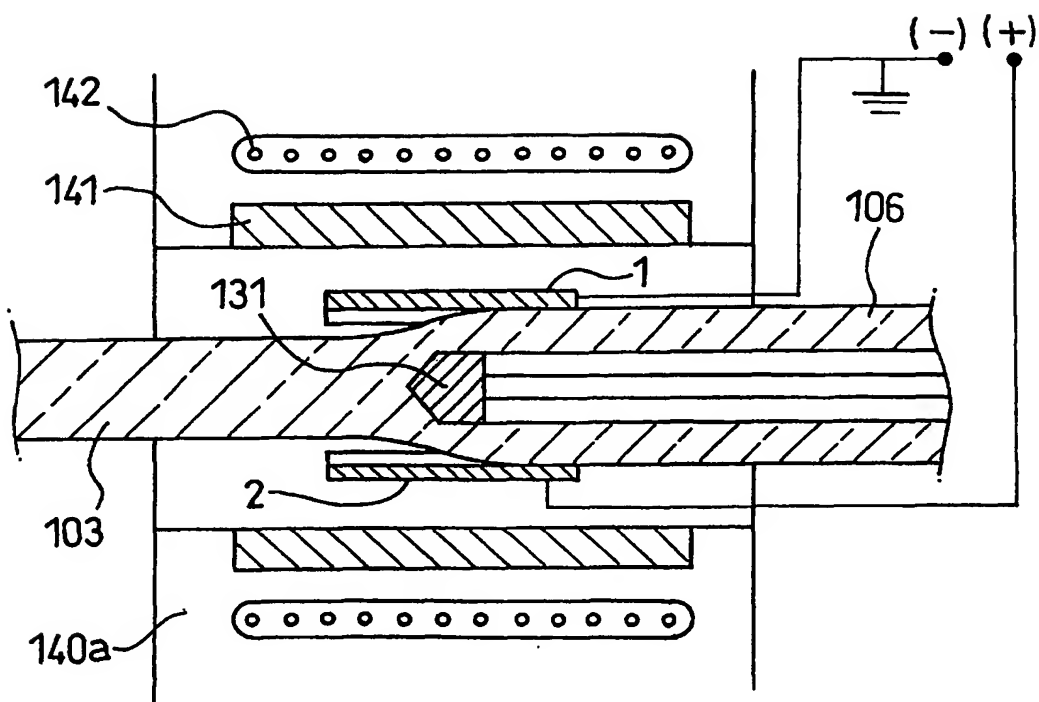
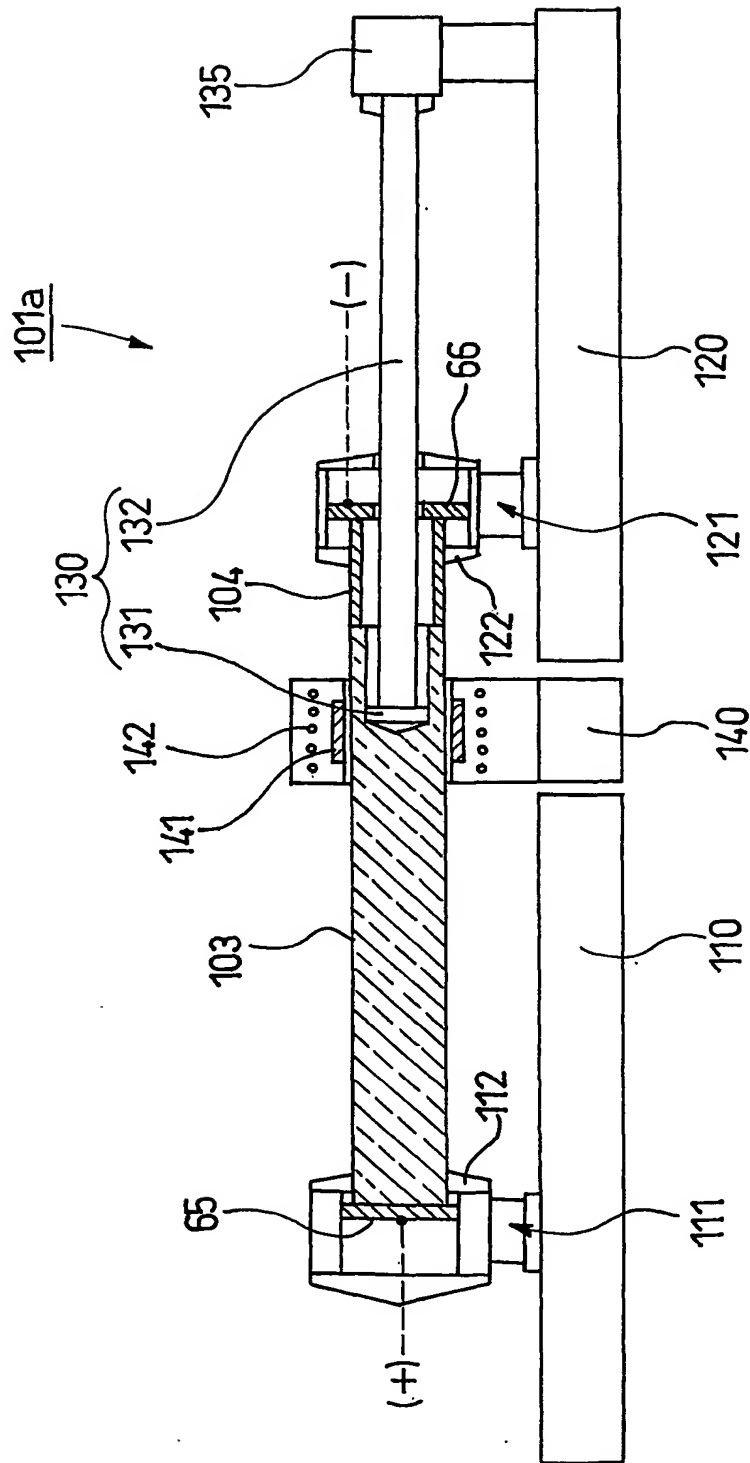
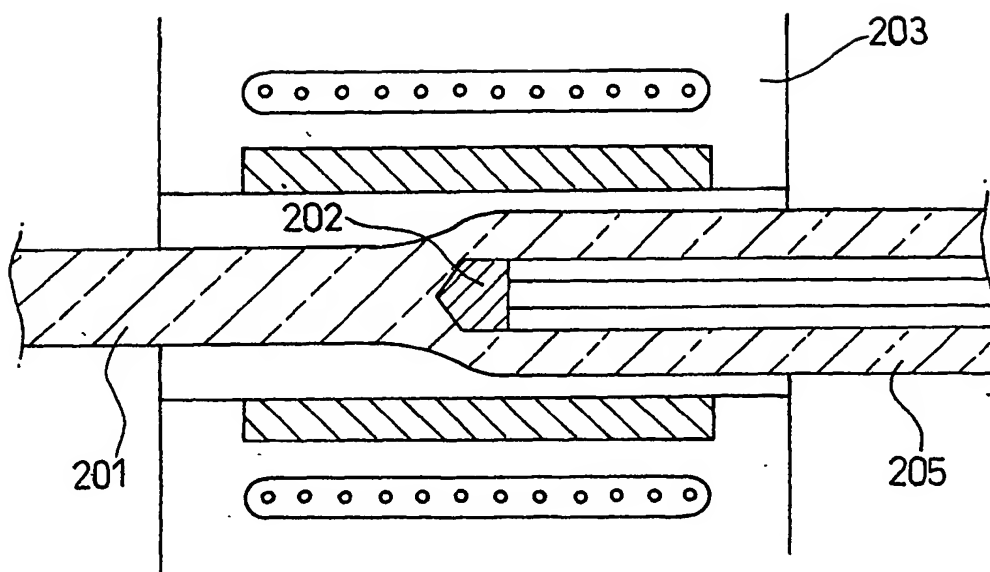


図 24



☒ 25



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/JP03/10149

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C03B32/00, 23/045, G02B6/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C03B32/00, 23/045, G02B6/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2003	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 8-104532 A (Nikon Corp.), 23 April, 1996 (23.04.96), Page 2, column 1, line 1 to page 3, column 4, line 17 (Family: none)	1-34
A	WO 90/02103 A1 (TLS GROUP PLC.), 08 March, 1990 (08.03.90), Column 10, line 1 to column 11, line 17 & JP 2726729 B2	1-34
A	WO 86/02919 A1 (TLS THERMAL SYNDICATE P.L.C.), 22 May, 1986 (22.05.86), Page 15, line 1 to page 17, line 32 & JP 62-501067 A	1-34

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>
--	---

Date of the actual completion of the international search
25 November, 2003 (25.11.03)

Date of mailing of the international search report
09 December, 2003 (09.12.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C03B32/00, 23/045, G02B6/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C03B32/00, 23/045, G02B6/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2003年
 日本国登録実用新案公報 1994-2003年
 日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 8-104532 A (株式会社ニコン) 1996. 04. 23, 第2頁, 第1欄, 第1行-第3頁, 第4欄, 第17行 (ファミリーなし)	1-34
A	WO 90/02103 A1 (TLS GROUP PLC) 1990. 03. 08, 第10欄, 第1行-第11欄, 第17行 & JP 2726729 B2	1-34
A	WO 86/02919 A1 (TLS THERMAL SYNDICATE P.L.C.) 1986. 05. 22, 第15頁, 第1行-第17頁, 第32行	1-34

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

25. 11. 03

国際調査報告の発送日

09.12.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

板谷 一弘

4T

8821

電話番号 03-3581-1101 内線 3464

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	& JP 62-501067 A	